

UNIVERSIDADE DE LISBOA

FACULDADE DE MEDICINA DENTÁRIA



**Análise de superfície de diferentes resinas compostas:**  
**Estudo *in vitro* AFM e Rugosímetro**

**Tiago Brum Bento de Sousa**

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

2013

UNIVERSIDADE DE LISBOA

FACULDADE DE MEDICINA DENTÁRIA



**Análise de superfície de diferentes resinas compostas:  
Estudo *in vitro* AFM e Rugosímetro**

**Dissertação orientada pela Dra. Ana Pequeno**

**Tiago Brum Bento de Sousa**

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

2013

“Never measure the height of a mountain until you have reached the top. Then  
you will see how low it was.”

(Dag Hammarskjöld)

## **AGRADECIMENTOS**

À minha orientadora, Dra Ana Pequeno. Pela paciência, dedicação e incentivo que demonstrou para comigo, estes anos todos, e durante esta investigação. Pela amizade que fica.

À Dra. Ana Viana, da Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa, pela delicadeza com que me recebeu e vontade em analisar as minhas amostras no AFM.

À Mestre Petra Marques pela disponibilidade e simpatia com que me orientou em certos momentos da investigação.

Ao Professor Doutor Luís Alves, do departamento de Mecânica do Instituto Superior Técnico, por prestar o rugosímetro, e ao Eng.Valentino Anok, que ajudou na análise das amostras.

Ao Professor Doutor Luís Pires Lopes por disponibilizar o laboratório de Biomateriais da Faculdade de Medicina Dentária da Universidade de Lisboa.

Ao Professor Doutor António Mata, por disponibilizar o laboratório 1 da unidade de Investigação em Ciências Orais e Biomédicas (UICOB) da Faculdade de Medicina Dentária de Lisboa.

Ao Professor Doutor Alexandre Cavalheiro, por todo o apoio prestado na análise estatística dos resultados deste estudo.

À Dona Manuela pela amabilidade com que prestou certos materiais.

À Joana Cruz, pela amizade e constante incentivo.

Ao Murilo von Zuben, e ao Manuel Marques, por ajudarem a desanuviar nas alturas mais complicadas.

À Inês Henriques, pilar neste meu percurso académico.

A mim, por ser crente.

A todos aqueles que me apoiaram nestes anos que passaram, e que na biblioteca passaram tempo comigo, um muito obrigado.

À minha família, porque sem eles nada disto seria possível.

## RESUMO

As resinas compostas estão em constante evolução. Na Dentisteria Restauradora, é fundamental acompanhar tanto as novidades de mercado, como as características e composição dos materiais restauradores. Ter a noção da rugosidade de superfície que um material apresenta após polimento é importante na prática clínica, de forma a evitar situações indesejáveis, como uma superfície mais rugosa, uma vez que permite uma maior acumulação de placa bacteriana.

**Objetivos:** Realizar um estudo *in vitro* para quantificar e comparar valores de rugosidade média de superfície (Ra) de diferentes compósitos, pela análise em rugosímetro e microscópio de força atômica (AFM), após aplicação de um sistema de polimento *multi-step*.

**Materiais e Métodos:** preparação de 72 amostras de diferentes compósitos: microhíbridos (Herculite XRV <sup>TM</sup>) e nanohíbridos (Enamel Plus HRi e Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup>), nas variantes esmalte e dentina, seguindo-se o polimento pelo sistema *Jiffy Polisher®*. Das 72 amostras, 60 foram analisadas num rugosímetro (10 amostras por grupo) e 12 amostras foram para análise de superfície e de rugosidade em AFM (2 amostras por grupo).

**Resultados:** De acordo com o critério Ra, não há diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes grupos. Contudo, os compósitos Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> apresentam rugosidades de superfície menores, enquanto o Herculite XRV <sup>TM</sup> apresenta a superfície mais rugosa.

**Conclusão:** Apesar de não haver diferenças estatísticas entre grupos, os compósitos nanohíbridos apresentam menores rugosidades de superfície do que os compósitos microhíbridos. Assim, compósitos com partículas mais pequenas apresentam Ra menor. Verifica-se que os compósitos dentinários apresentam valores de Ra mais baixos relativamente aos de esmalte.

**Palavras-chave:** Compósito, nanohíbridos, microhíbridos, polimento, rugosidade superficial, rugosímetro e microscópio de força atômica.

## ABSTRACT

The composite resins are in a constant evolution. In Restorer Dentistry, it is essential to keep update on what is new in the market, as well as the characteristics and composition of the restorative materials. To be aware of the roughness of a surface presented to us throughout a material after polished is important in clinical practice, in order to avoid undesirable situations, because a rough surface can build up some more bacterial plaque.

**Objectives:** This is an *in vitro* study, which intends to quantify and compare average surface roughness values (Ra) of different composites, throughout the analysis on a roughness Tester and atomic force microscope (AFM), after a multi-step application polishing system.

**Materials and methods:** 72 composite samples were prepared using microhybrid (Herculite XRV <sup>TM</sup>) and nanohybrid composites (Enamel Plus Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> and Enamel Plus HRi) in enamel and dentin, followed by the polishing system Jiffy Polisher®. 60 samples are for roughness analysis on a roughness Tester (10 samples per group); 12 samples for surface and roughness analysis in AFM (2 samples per group).

**Results:** according to the Ra criteria, there are no statistically significant differences between the different groups. However, the composites Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> featured the minor Ra and the composites Herculite XRV <sup>TM</sup> presented the roughest surface.

**Conclusion:** Although there are no statistical differences between groups, nanohybrid composites feature less roughness than the microhybrids composites. Therefore, composites with smaller particles present minor Ra. It turns out that the dentin composites have lower Ra values than enamel.

**Keywords:** Composite, microhybrid, nanohybrid, polishing, surface roughness, perfilometer and atomic force microscope.

## ÍNDICE GERAL

Agradecimentos.....	ii
Resumo.....	iii
Abstract.....	iv
Índice de figuras.....	vi
Índice de tabelas .....	viii
Índice de gráficos.....	viii
Abreviaturas.....	ix
INTRODUÇÃO.....	1
OBJECTIVOS.....	2
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
1. Resinas compostas	
2. Rugosidade de superfície	
3. Polimento	
4. Microscópio de Força Atômica	
5. Rugosímetro	
MATERIAIS E MÉTODOS.....	8
RESULTADOS.....	13
DISCUSSÃO.....	19
CONCLUSÃO.....	24
Referências bibliográficas.....	X
Anexos .....	XIV

## ÍNDICE DE FIGURAS:

Fig. 1: Modelo do microscópio de força atômica.....	6
Fig. 2: Modelo do rugosímetro.....	7
Fig. 3: Compósitos utilizados no estudo.....	8
Fig. 4: Molde Putty Prestige®.....	9
Fig. 5: Molde de plástico Dentsply.....	9
Fig.6: Sequência laboratorial para amostras analisadas em rugosímetro.....	9
Fig. 7: Sequência laboratorial para amostras analisadas em AFM.....	10
Fig. 8: Sequência laboratorial da utilização do fotopolimerizador.....	10
Fig. 9: Polidora Ecomet 3.....	10
Fig. 10: Sistema de polimento Jiffy Polisher®.....	11
Fig.11: Estufa seca onde se colocou as amostras a 37°C.....	11
Fig. 12: Análise de amostra no rugosímetro.....	11
Fig. 13: Análise de amostra no AFM.....	12
Fig. 14: Herculite XRV™ enamel (amostra 1) escala de 5µm e 20 µm.....	14
Fig.15: Herculite XRV™ dentine (amostra 2) análise de superfície à escala de 5µm e 20 µm.....	15
Fig.16: Enamel Plus HRi Enamel (amostra 2), análise de superfície à escala de 5µm e 20µm.....	15
Fig. 17: Enamel Plus HRi Dentine (amostra 2), análise de superfície à escala 5 µm e 20µm.....	16
Fig. 18: Herculite XRV Ultra™ Enamel (amostra 2), análise de superfície escala 5µm e 20µm.....	16
Fig.19: Herculite XRV Ultra™ Dentina (amostra 2), análise de superfície, à escala de 5µm e 20µm .....	17



Fig. 20: Herculite XRV <sup>TM</sup> Enamel (amostra 1) análise de superfície e rugosidade à escala de 5µm e 20 µm.....	XX
Fig. 21: Herculite XRV <sup>TM</sup> Enamel (amostra 2) análise de superfície e rugosidade à escala de 5µm e 20 µm.....	XXI
Fig. 22: Herculite XRV <sup>TM</sup> Dentine (amostra 1) análise de superfície e rugosidade à escala de 5µm e 20 µm.....	XXII
Fig. 23: Herculite XRV <sup>TM</sup> Dentine (amostra 2) análise de superfície e rugosidade à escala de 5µm e 20 µm.....	XXIII
Fig. 24: Enamel Plus HRi Enamel (amostra 1), análise de superfície e rugosidade à escala de 5 µm e 20µm .....	XXIV
Fig. 25: Enamel Plus HRi Enamel (amostra 2), análise de superfície e rugosidade à escala de 5 µm e 20µm.....	XXV
Fig. 26: Enamel Plus HRi Dentine (amostra 1), análise de superfície e rugosidade à escala de 5 µm e 20µm .....	XXVI
Fig. 27: Enamel Plus HRi Dentine (amostra 2), análise de superfície e rugosidade à escala de 5 µm e 20µm.....	XXVII
Fig. 28: Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> Enamel (amostra 1), análise de superfície e rugosidade à escala de 5 µm e 20µm .....	XXVIII
Fig. 29: Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> Enamel (amostra 2), análise de superfície e rugosidade à escala de 5 µm e 20µm.....	XXIX
Fig. 30: Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> Dentine (amostra 1), análise de superfície e rugosidade à escala de 5 µm e 20µm.....	XXX
Fig. 31: Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> Dentine (amostra 2), análise de superfície e rugosidade à escala de 5 µm e 20µm.....	XXXI

## ÍNDICE DE TABELAS:

Tabela 1: Propriedades dos compósitos (Adaptado de Puckett <i>et al.</i> , 2007).....	3
Tabela 2: Composição das resinas compostas utilizadas no estudo.....	8
Tabela 3: Teste ANOVA para observação de diferenças estatísticas entre os grupo.....	13
Tabela 4: Rugosidade média e desvio padrão de cada grupo, para $p \geq 0,05$ .....	13
Tabela 5: Rugosidade média de cada amostra analisada em AFM.....	17
Tabela 6: Dados da análise no rugosímetro do compósito XRV Herculite.....	XV
Tabela 7: Dados da análise de rugosidade do compósito Hri.....	XV
Tabela 8: Dados da análise no rugosímetro do compósito XRV Ultra.....	XVI

## ÍNDICE DE GRÁFICOS:

Gráfico 1: Análise da rugosidade média e desvio padrão por grupos $p \geq 0,05$ .....	14
Gráfico 2: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao compósito XRV Herculite Enamel.....	XVI
Gráfico 3: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao compósito XRV Herculite Dentine.....	XVII
Gráfico 4: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao compósito Enamel HRi Enamel.....	XVII
Gráfico 5: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao compósito Enamel HRi Dentine.....	XVIII
Gráfico 6: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao compósito XRV ultra esmalte.....	XVIII
Gráfico 7: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao compósito XRV ultra Dentine.....	XIX

## **GLOSSÁRIO DE ABREVIATURAS:**

% - por cento;

® - Marca registrada;

Bis-GMA – Bisfenol-A-glicidilmetacrilato

TEGDMA – Trietilenoglicol dimetacrilato

UDMA – Uretano dimetacrilato

et al – et alii

Seg. – Segundos

mm – milímetros

nm – nanômetros

µm – micrómetros

nº - número

Ra – rugosidade média

Ry – máxima distância entre picos de rugosidade

Rz – rugosidade máxima

° C – graus Celsius

Ba - Bário

Sr- estrôncio

Zr – Zircônio

## INTRODUÇÃO

A procura de materiais estéticos tem levado a avanços no estudo dos materiais dentários, especialmente das resinas compostas (Scheibe *et al.*, 2009). Finalizar e polir as restaurações em compósito é uma prática clínica comum, com o objetivo de providenciar a longevidade e estética do compósito. Por sua vez, um polimento inapropriado pode resultar numa superfície rugosa, o que aumenta a adesão de placa e compromete a estética e as características do material (Giacomelli *et al.*, 2010).

É unânime, segundo a literatura, que a acumulação bacteriana na superfície da restauração pode provocar cárie secundária e problemas periodontais. A acumulação de placa bacteriana está diretamente dependente das características da superfície do material e da rugosidade das resinas compostas, o que influencia a adesão deste biofilme (Ozel *et al.*, 2008; Mourouzis *et al.*, 2009; Poggio *et al.*, 2012). Têm sido introduzidas diversas alterações, desde a substituição dos monómeros dimetacrilatos pelos metacrilatos ou o desenvolvimento do uretanodimetacrilato, para melhorar as características estruturais, estéticas, e a durabilidade dos compósitos (Ilie *et al.*, 2009). Recentemente, a introdução de compósitos microparticulados e nanohíbridos permitiu melhorar as características intrínsecas e extrínsecas dos compósitos e assim, potenciar as vantagens dos polimentos, como rugosidades de superfície menores (Giacomelli *et al.*, 2010).

Outra perspectiva de sucesso estético de uma restauração relaciona-se com o seu aspeto ótico. A rugosidade, cor e brilho, estão entre os fatores mais importantes na percepção dos efeitos visuais das restaurações em compósito (Hosoya *et al.*, 2011). Por sua vez, a rugosidade de superfície é influenciada pelo tipo, tamanho e quantidade de carga do compósito, pelo tipo, tamanho e dureza dos abrasivos polidores, e pela técnica de polimento utilizada (Scheibe *et al.*, 2009).

Para uma correta caracterização de superfície é indispensável analisar a rugosidade. Com este trabalho, objetiva-se analisar a rugosidade de diferentes compósitos quando sujeitos a um só tipo de polimento, e verificar a influência das diferenças estruturais no mesmo parâmetro.

## **OBJETIVOS**

A partir de um estudo *in vitro*, pretende-se realizar uma análise sobre o efeito de só um tipo de polimento na superfície de amostras de 6 resinas compostas (duas microhíbridas e quatro nanohíbridas), das quais três são de esmalte e três de dentina, através da medição da rugosidade da superfície em rugosímetro e em microscopia de força atômica (AFM).

### **Objectivos específicos:**

1. Avaliar a rugosidade média de superfície dos diferentes compósitos quando sujeitos ao mesmo polimento.
2. Avaliar os subgrupos dentina e esmalte e compará-los, segundo os valores de rugosidade média.
3. Realizar análise comparativa entre a rugosidade média obtida no rugosímetro e AFM.

### **Hipóteses nulas:**

1. Os diferentes tipos de compósitos utilizados não apresentam alterações entre si nos valores de rugosidade
2. Não há alterações nos valores de rugosidade quando se comparam os compósitos dentina e esmalte

## REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 1. Resinas compostas

As resinas compostas são, hoje, a opção de tratamento preferida para lesões de cárie (Frankenberger *et al.*, 2012). Estas surgiram verdadeiramente como material de restauração no início dos anos 60, através de Bowen, que descobriu o Bis-GMA. Os compósitos dentários são compostos por polímeros sintéticos, partículas de carga inorgânica, iniciadores e ativadores (que promovem a fotopolimerização da matriz orgânica), e silano como reforço de carga para a matriz polímera (Chen *et al.*, 2010).

A escolha de um compósito para uma restauração exige o equilíbrio de um grande número de requisitos, tais como a conjugação de excelentes propriedades funcionais e mecânicas (contração de polimerização, resistência, tenacidade, dureza superficial, módulo de elasticidade, desgaste, solubilidade, absorção de água, degradação e radiopacidade), como também propriedades biológicas (biocompatibilidade, integridade da estrutura dentária e prevenção de cárie) (Ilie *et al.*, 2011).

Devido à grande procura de soluções estéticas por parte do paciente, a utilização de resinas compostas tem vindo a aumentar, dado que estes tendem a optar por restaurações em compósito ao invés de restaurações metálicas (Andrade *et al.*, 2011). Atualmente, temos ao nosso dispor compósitos para os diferentes tipos de cavidade e para utilização tanto em dentes anteriores como posteriores (Yap *et al.*, 2004).

Um dos sistemas mais utilizados para caraterizar as resinas compostas é o tamanho das partículas. (Puckett *et al.*, 2007). Assim, temos:

Classificação do compósito	Conteúdo de carga		Vol. de contração (%)	Tamanho médio de partícula (µm)
	Peso %	Vol. %		
Híbridos	74-87	57-72	1.6-4.7	0.2-3.0
Nanohíbridos (macro)	72-87	58-71	2.0-3.4	0.4-0.9
Nanohíbridos (nano)	72-87	58-71	2.0-3.4	0.015-0.05
Microparticulados	35-80	20-59	2-3	0.04-0.75
Fluidos	40-60	30-55	4-8	0.6-1.0
Compómeros	59-77	43-61	2.6-3.4	0.7-0,8

Tabela 1: Propriedades dos compósitos (Adaptado de Puckett *et al.*, 2007)

À medida que os compósitos foram evoluindo, a dimensão e distribuição das partículas foi alterada de forma a atingir melhores propriedades mecânicas e estéticas

(Puckett *et al.*, 2007). Um dos avanços mais significativos nos últimos anos foi o aparecimento de resinas compostas contendo nanopartículas (Korkmaz *et al.*, 2008).

A nanotecnologia é a produção de materiais funcionais e estruturais na ordem de 0,1-100 nm, por meio de métodos físicos e químicos. Os nanocompósitos apresentam uma combinação única de dois tipos de partículas: nanopartículas e *nanoclusters* (Chen *et al.*, 2010). As nanopartículas variam entre 20 a 75 nm e não se encontram aglomeradas nem agregadas, enquanto as partículas *nanocluster* são aglomerados de partículas nanométricas que agem como uma única unidade permitindo o aumento de carga e elevada resistência. Consequentemente há redução da contração de polimerização e aumento das propriedades mecânicas, nomeadamente resistência à tração, compressão e à fratura (Andrade *et al.*, 2011).

Recentemente foram introduzidos compósitos nanohíbridos contendo uma gama de diferentes tamanhos de macropartículas e micropartículas acompanhadas com partículas em nanoescala que vão ocupar os espaços entre as partículas maiores e, portanto, originar espaços vazios de menores dimensões (Schmidt *et al.*, 2013).

As suas melhores propriedades fazem com que os fabricantes recomendem a utilização de nanocompósitos (Mittra *et al.*, 2003; Yap *et al.*, 2004; Rastelli *et al.*, 2012).

## 2. Rugosidade

A resistência à degradação no ambiente oral é um dos principais fatores que determinam a longevidade clínica do material restaurador (Santos *et al.*, 2011). É fundamental que o material restaurador apresente uma rugosidade de superfície baixa para o sucesso da restauração a longo prazo (Ozel *et al.*, 2008).

A rugosidade de superfície pode ser definida como a existência de irregularidades na superfície do material (Da Costa *et al.*, 2011), e está dependente dos utensílios que atuam sobre a superfície e das características do próprio material. Estas irregularidades da superfície podem conduzir a manchas, maior desgaste, retenção de placa bacteriana, irritação gengival e recidivas de cárie (Karaarslan *et al.*, 2013). É sempre desejável uma superfície lisa, uma vez que aumenta a durabilidade da restauração, melhora a aparência estética e evita a alteração de cor. (Lainović *et al.*, 2013).

Se a restauração em compósito tem uma rugosidade superficial de 0,2  $\mu\text{m}$  ou mais, pode ocorrer a acumulação de placa bacteriana, o que aumenta o risco de cárie e inflamação periodontal (Da Costa *et al.*, 2011; Hosoya *et al.*, 2011; Santos *et al.*, 2011). Por isso, os instrumentos de polimento/finalização tornam-se indispensáveis na prática clínica, para diminuir a rugosidade de superfície, alisar as margens da restauração, remover excessos e melhorar contornos (Botta *et al.*, 2008). O acabamento é a redução/contorno da restauração para obter a anatomia desejada, e o polimento é a redução da rugosidade causada pelos instrumentos de acabamento (Pontes *et al.*, 2008).

### 3. Polimento

Como já foi referido, é clinicamente importante o acabamento de superfície, pois determina a aparência estética e impede a descoloração, a cárie secundária e a irritação gengival, aumentando, conseqüentemente, a longevidade das restaurações (Filho *et al.*, 2003; Watanabe *et al.*, 2005; Kameyama *et al.*, 2008; Endo *et al.*, 2010; Ghinea *et al.*, 2011). Além disso, uma superfície lisa aumenta o conforto do paciente. Uma alteração na rugosidade da superfície de 0,3  $\mu\text{m}$  pode ser detetada pela ponta da língua (Erdemir *et al.*, 2012), sendo crucial realizar um bom acabamento (contorno ou a redução de uma restauração de forma a obter a anatomia ideal) e um excelente polimento (redução da rugosidade e irregularidades criados pelos instrumentos de acabamento) (Bashetty *et al.*, 2010; Erdemir *et al.*, 2012).

A fotopolimerização pode influenciar diferenças estruturais que causam variação na eficiência do polimento originando diferenças de rugosidade de superfície após o polimento, pelo que materiais com partículas de tamanho maior geralmente apresentam maior rugosidade do que os de partículas menores (Ghinea *et al.*, 2011).

Segundo Botta e colaboradores, utilizar matrizes de acetato proporciona as superfícies mais lisas. Contudo, a inserção e adaptação da matriz nem sempre é clinicamente possível, principalmente em áreas de difícil acesso. Assim, a estética da restauração depende essencialmente do método de polimento e técnica de acabamento adoptada (Botta *et al.*, 2008).

Existem variadíssimos métodos de polimento, nomeadamente os métodos *multi-step*, que consistem numa sequência de instrumentos que gradualmente diminuem o tamanho do grão dos abrasivos; e o método *one-step*, que é realizado com brocas de



diamante (Watanabe *et al.*, 2005). Os instrumentos de polimento dividem-se em 6 categorias: brocas; borrachas cónicas, em cúpulas ou discos; discos abrasivos e lixas; escovas e pastas de polimento (Da Costa *et al.*, 2011). Estudos referidos por Yap e colaboradores, concluem que os sistemas *multi-step* conferem a melhor superfície de polimento, mas para reduzir os custos e o tempo clínico, denota-se uma tendência para substituição destes sistemas pelos *one-step* (Yap *et al.*, 2004).

As alterações de superfície dos materiais restauradores estão associadas à sua degradação química, tornando-o mais vulnerável à abrasão mecânica, o que resulta numa aparência inestética e aumento de rugosidade. Por isso, factores extrínsecos, como polimento, são fulcrais para a estética e longevidade da restauração (Voltarelli *et al.*, 2010).

Existem vários métodos para avaliar este parâmetro, sendo que atualmente os mais desenvolvidos são o AFM e o Rugosímetro.

#### 4. Microscopia de força atómica (AFM)

A microscopia de força atómica é a técnica mais utilizada atualmente para caraterizar materiais. As principais vantagens são:

- a combinação de alta resolução a três dimensões, e o facto da amostra não necessitar de condutividade, nem de ser analisada em vácuo (Starostina *et al.*, 2006).

Com a topografia tridimensional consegue-se quantificar a rugosidade de superfície da amostra a uma escala nanométrica. Isto permite a determinação da rugosidade superficial com alta precisão (Botta *et al.*, 2008). A utilização do AFM para caraterizar a rugosidade de superfície é a mais fiável (Giacomelli *et al.*, 2010).



Fig. 1: Modelo do microscópio de força atómica

## 5. Rugosímetro

Este instrumento mede irregularidades de alta frequência na superfície de um material (Unursaikhan *et al.*, 2012). O método utilizado consiste num estilete que através da superfície da amostra, e sob uma carga constante, calcula os valores numéricos que representam a rugosidade, definida como rugosidade aritmética principal (Ra) (Mathias *et al.*, 2009).

O valor Ra descreve a rugosidade de superfície global que é a média dos picos e sulcos de uma superfície (Bala *et al.*, 2012), ou seja, a soma dos valores absolutos dos desvios em relação à linha média, dividido pelo número de desvios num determinado comprimento de amostra (Mendes *et al.*, 2012).

Para além deste parâmetro, também calcula a distância máxima entre o pico mais alto, e o sulco mais profundo (Rz), e a rugosidade máxima (Ry) (Setcos *et al.*, 1999), contudo é a rugosidade média o parâmetro de escolha para medir a superfície das amostras (Torres *et al.*, 2009).



Fig. 2: Modelo do rugosímetro

## MATERIAIS E MÉTODOS

### 1. Preparação das amostras para análise de superfície

Preparam-se um total de 72 amostras de seis resinas compostas, 12 amostras de cada tipo: Herculite XRV™ Enamel, Herculite XRV™ Dentine, Herculite XRV Ultra™ Enamel, Herculite XRV Ultra™ Dentine, Enamel Plus HRi UE2 e Enamel Plus HRi UD3 (fig. 3 e tabela 2).



Fig. 3: Compósitos utilizados no estudo

Nome	Fabricante	Classificação	Cor	Composição	Tamanho das partículas	Conteúdo de carga inorgânica
<b>Herculite® XRV Ultra (esmalte)</b>	Kerr Italia, Scafati; Itália	Nanohíbrido	A2	Matriz: Bis-GMA, TEGDMA Filler: vidro Ba-Al-B-Si, SiO <sub>2</sub>	Ba-Al-B-Si: 0,4µm SiO <sub>2</sub> : 50nm	75% em peso e 55, 7% por volume
<b>Herculite® XRV Ultra (dentina)</b>	Kerr Italia, Scafati; Itália	Nanohíbrido	A2	Matriz: Bis-GMA, TEGDMA Filler: vidro Ba-Al-B-Si, SiO <sub>2</sub>	Ba-Al-B-Si: 0,4µm SiO <sub>2</sub> : 50nm	75% em peso e 55, 7% por volume
<b>Enamel Plus HRi® (esmalte)</b>	GDF GmbH, Rosbach; Alemanha	Nanohíbrido	UE2	Matriz: Bis-GMA, BDDMA Filler: vidro, ZrO <sub>2</sub>	Vidro: 1,0 µm ZrO <sub>2</sub> : 20 nm	80% em peso
<b>Enamel Plus HRi® (dentina)</b>	GDF GmbH, Rosbach; Alemanha	Nanohíbrido	UD2	Matriz: Bis-GMA, BDDMA Filler: vidro, ZrO <sub>2</sub>	Vidro: 0,7 µm SiO <sub>2</sub> : 0,4 µm	75% por peso e 53% por volume
<b>XRV Herculite® (esmalte)</b>	Kerr Italia, Scafati; Itália	Microhíbrido	A2	Matriz: Bis-GMA, TEGDMA Filler: SiO <sub>2</sub>	0,6 µm	79% em peso e 57,5% em volume
<b>XRV Herculite® (dentina)</b>	Kerr Italia, Scafati; Itália	Microhíbrido	A2	Matriz: Bis-GMA, TEGDMA Filler: SiO <sub>2</sub>	0,6 µm	79% em peso e 57,5% em volume

Tabela 2: Composição das resinas compostas utilizadas no estudo

Das 72 amostras, 60 foram analisadas em rugosímetro (10 para cada grupo). Utilizou-se um molde de silicone (Putty Prestige®, Vannini Dental Industry, Grassina, Itália), com 10 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade.



Fig. 4: Molde Putty Prestige®

Para análise no microscópio de força atômica: restantes 12 amostras (2 para cada grupo), utilizou-se molde de plástico (Dentsply Maillefer, Chemin du Verger, Ballaigues, Switzerland) com 2 mm de profundidade e 4 mm de diâmetro.



Fig. 5: Molde de plástico Dentsply

O material foi inserido no molde num único incremento, com recurso a espátula de inserção. Colocou-se uma matriz de acetato e uma placa de vidro sobre a amostra, sujeita a ligeira pressão, com o objetivo de remover eventuais excessos de material do molde.



Fig.6: Sequência laboratorial para amostras analisadas em rugosímetro

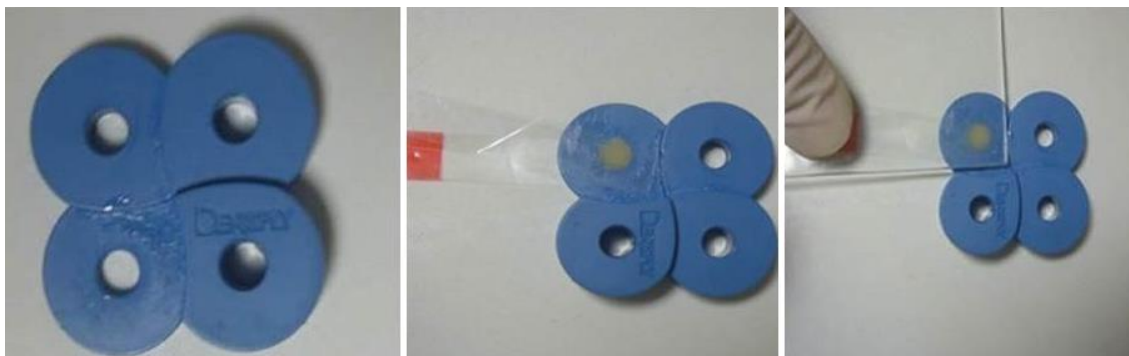


Fig. 7: Sequência laboratorial para amostras analisadas em AFM

Fotopolimerizou-se durante 40 seg., a  $600\text{mW}/\text{cm}^2$ , com um fotopolimerizador (ASTRALIS™ 5, Ivoclar Vivadent), sem qualquer distância da amostra. A intensidade do fotopolimerizador foi controlada regularmente com um radiômetro (Optilux, Demetron Research Corporation, Danbury, EUA).



Fig. 8: Sequência laboratorial da utilização do fotopolimerizador

Os discos de compósito foram removidos do molde e procedeu-se ao polimento individual de cada amostra. O polimento foi idêntico em todas as amostras, sendo este realizado pelo mesmo operador de modo a diminuir a variabilidade entre operadores (Yap *et al.*, 2004; Endo *et al.*, 2010). Foi seguida uma sequência de polimento, que se iniciou com um disco de polimento de grão 800, com água, durante 30 seg a 100 rpm, numa polidora (Ecomet 3, Buehler Ltd., Lake Buff, IL, EUA).



Fig. 9: Polidora Ecomet 3



Seguidamente, uma sequência de 3 borrachas do sistema de polimento Jiffy Polisher® (Ultradent, South Jordan, Utah, EUA), durante 90 segundos cada borracha, bob refrigeração com água.



Fig. 10: Sistema de polimento Jiffy Polisher®

Depois de devidamente identificadas, as amostras foram colocados em água destilada, numa estufa de incubação durante, pelo menos 24h a 37°C.

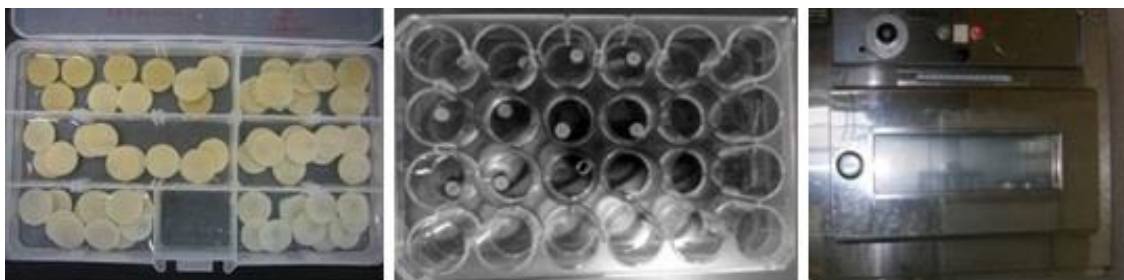


Fig.11: Estufa seca onde se colocou as amostras a 37°C

## 2. Análise de superfície

As superfícies de todas as amostras foram examinadas para se obter um valor de rugosidade média ( $R_a$ ), através de um rugosímetro (SE12000 – Kosaka Lab model no: DR-25X11, IST), e de um microscópio de força atômica (Multimode AFM with NanoScope IIIa, FCUL). No rugosímetro foram feitas duas leituras em diferentes direcções utilizando um estilete de 0.5 $\mu$ m, com um *cut-off* de 0.8 $\mu$ m e calculada a média de valores de rugosidade para cada amostra (Fig. 12)



Fig. 12: Análise de amostra no rugosímetro

No AFM analisou-se a rugosidade de superfície de áreas de 20 $\mu$ m e 5 $\mu$ m de cada amostra.



Fig. 13: Análise de amostra no AFM

## RESULTADOS

Efetuuou-se a análise estatística com o programa de *software* SPSS Statistics 19.0 para Windows (SPSS Inc, Chicago, IL, USA). Foi utilizado o teste ANOVA e não se observaram diferenças estatisticamente significativas entre os 6 grupos em análise, para um grau de confiança de 95% (Tabela 3).

### ANOVA

Rugosidade média

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	,038	5	,008	1,644	,164
Within Groups	,246	54	,005		
Total	,284	59			

Tabela 3: Teste ANOVA para observação de diferenças estatísticas entre os grupos.

Na próxima tabela, apresenta-se os valores de rugosidade média (Ra) referente a cada grupo.

Rugosidade Média					
	N	Mín.	Máx.	Média	Desvio padrão
Herculite XRV <sup>TM</sup> Enamel	10	0,309	0,566	0,388	0,028
Herculite XRV <sup>TM</sup> dentine	10	0,275	0,511	0,349	0,022
Enamel Plus HRi Enamel	10	0,260	0,420	0,350	0,018
Enamel Plus HRi Dentina	10	0,257	0,457	0,332	0,021
Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> Enamel	10	0,268	0,423	0,337	0,013
Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> Dentine	10	0,234	0,495	0,304	0,023

Tabela 4: Rugosidade média e desvio padrão de cada grupo, para  $p \geq 0,05$ .

O grupo Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> Dentine apresenta o Ra mais baixo ( $0,304 \pm 0,023$ ), enquanto o grupo Herculite XRV <sup>TM</sup> Enamel apresenta o valor de Ra mais elevado ( $0,388 \pm 0,028$ ).



A rugosidade média dos vários grupos encontra-se esquematicamente apresentada no gráfico 1.

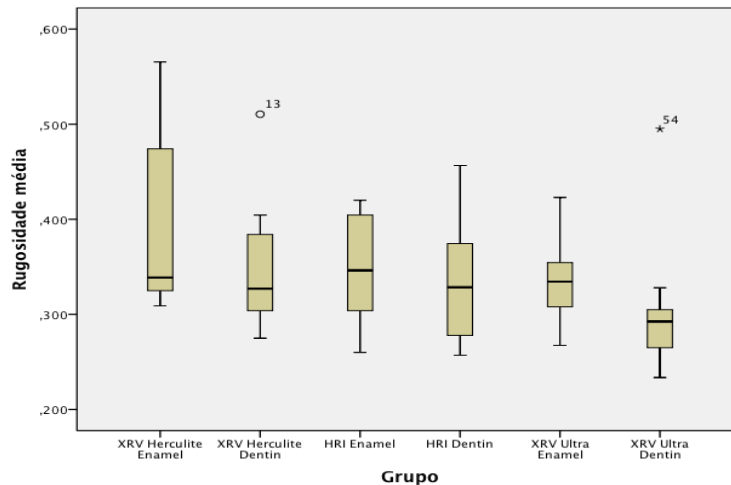


Gráfico 1: Análise da rugosidade média e desvio padrão por grupos

Nas restantes 12 amostras, foi analisada a rugosidade de superfície em microscopia de força atómica (AFM), obtendo-se imagens em escala de  $5\mu\text{m}$  e  $20\mu\text{m}$ , em duas dimensões (2D) e três dimensões (3D). O microscópio tem a particularidade de avaliar o Ra. Para cada grupo, foram analisadas 2 amostras, Obtendo-se para cada uma, um total de 6 imagens: superfície da amostra à escala de  $5\mu\text{m}$  em 2D e 3D,  $20\mu\text{m}$  em 2D e 3D e imagem com a análise da rugosidade de superfície a 5 e  $20\mu\text{m}$ .

As imagens abaixo são representativas de cada grupo, e referem-se às imagens tridimensionais da superfície, analisadas a 5 e  $20\mu\text{m}$ , (restantes imagens em anexo)

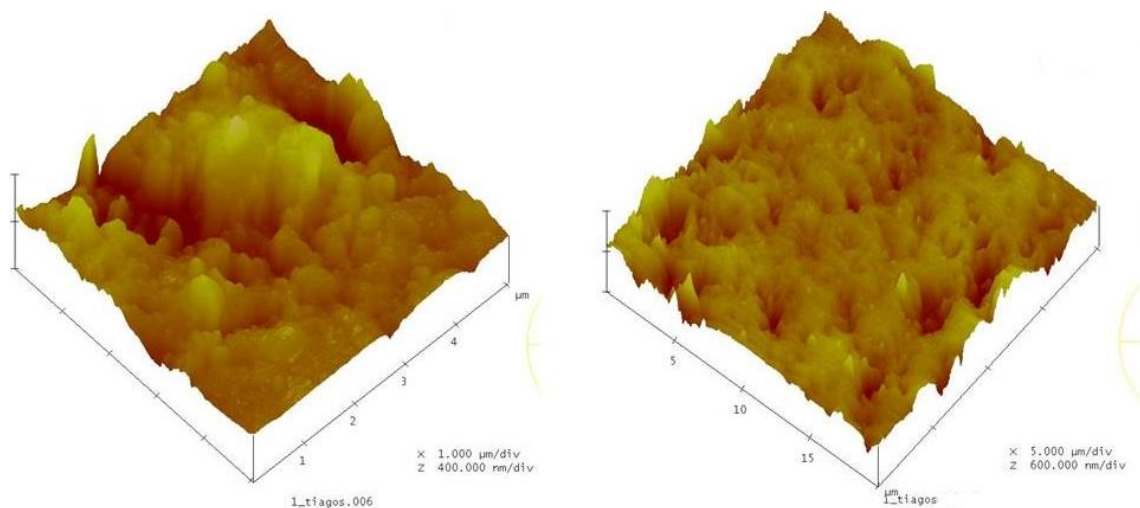


Fig. 14: Herculite XRV™ enamel (amostra 1) escala de  $5\mu\text{m}$  e  $20\mu\text{m}$

A amostra anterior, demonstra uma superfície heterogênea, com picos e depressões significativas que reflete a falta de homogeneidade ao longo da superfície da amostra.

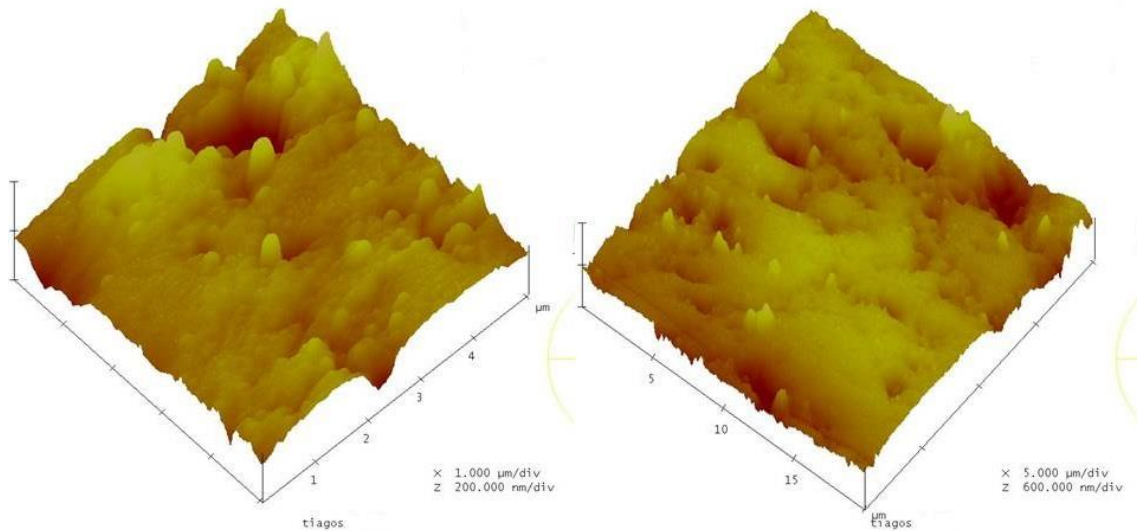


Fig.15: Herculite XRV™ dentine (amostra 2) análise de superfície à escala de 5µm e 20 µm.

A amostra Herculite XRV™ Dentine apresenta semelhanças à amostra anterior, demonstrando a sua heterogeneidade através de picos e depressões à superfície.

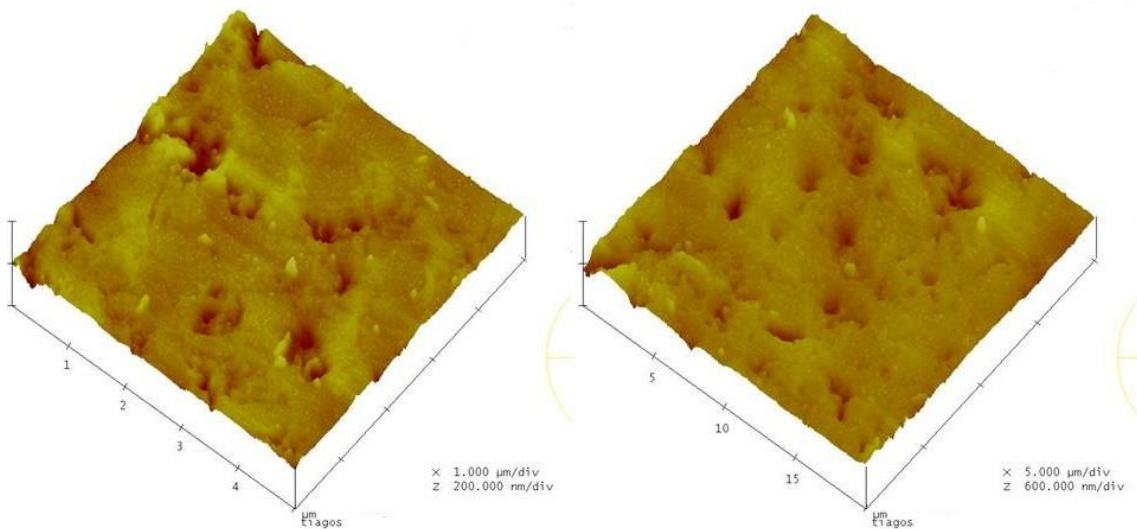


Fig. 16: Enamel Plus HRi Enamel (amostra 2), análise de superfície à escala de 5µm e 20µm

A imagem em análise, já apresenta uma superfície mais lisa, o que poderá significar um Ra menor.

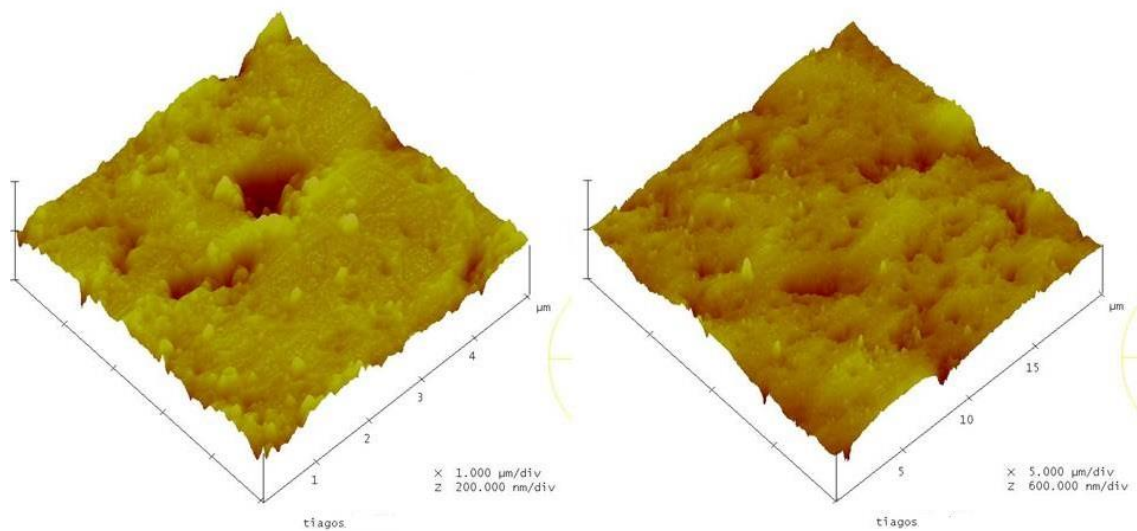


Fig. 17: Enamel Plus HRi Dentine (amostra 2), análise de superfície à escala 5 µm e 20µm

Nota-se depressões e picos menos significativos em relação às imagens referentes ao Herculite XRV <sup>TM</sup>

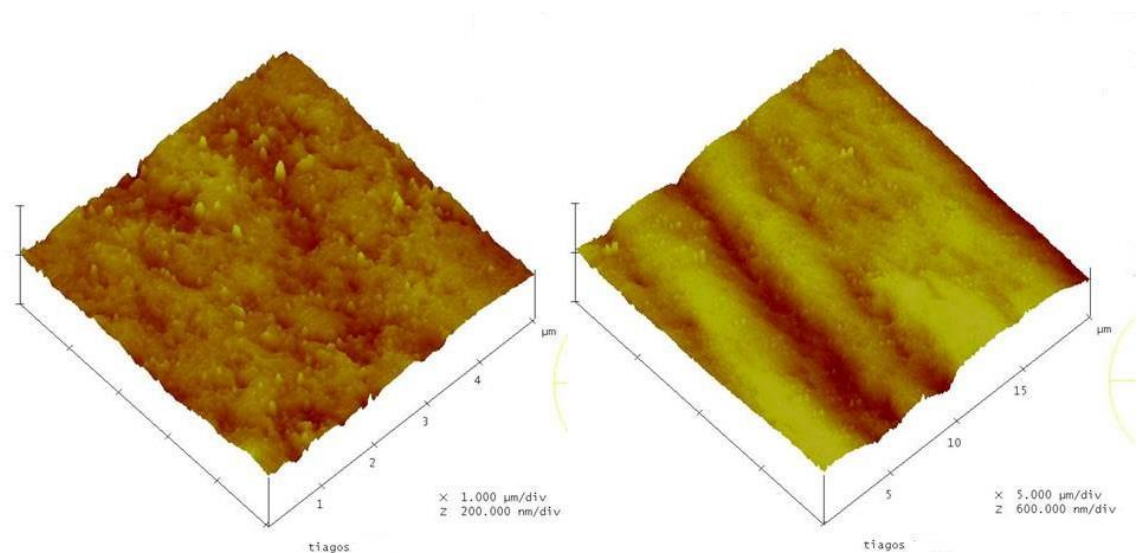


Fig. 18: Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> Enamel (amostra 2), análise de superfície escala 5µm e 20µm

A superfície acima descrita encontra-se homogeneizada, o que poderá ser sinónimo de maior perfeição de superfície.

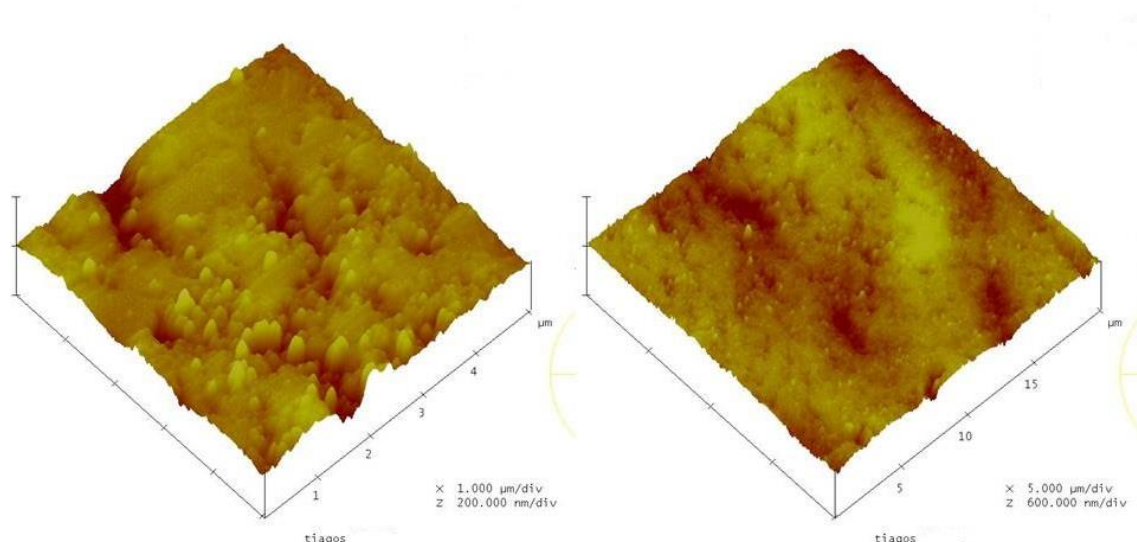


Fig.19: Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> Dentine (amostra 2), análise de superfície escala 5µm e 20µm

À semelhança da figura anterior, a superfície apresenta-se com picos e depressões não muito significativos, espelhando um grau de polimento, possivelmente, melhor.

O quadro que se segue apresenta os valores da rugosidade média de superfície das amostras obtidas em AFM.

		N	Tamanho da escala	Ra(µm)	Tamanho da escala	Ra(µm)
Herculite XRV <sup>TM</sup>	Enamel	1	5µm	0,037	20µm	0,094
		2	5µm	0,045	20µm	0,068
	Dentine	1	5µm	0,035	20µm	0,077
		2	5µm	0,046	20µm	0,088
Enamel Plus HRi	Enamel	1	5µm	0,057	20µm	0,098
		2	5µm	0,013	20µm	0,036
	Dentine	1	5µm	0,027	20µm	0,060
		2	5µm	0,024	20µm	0,053
Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup>	Enamel	1	5µm	0,013	20µm	0,056
		2	5µm	0,009	20µm	0,049
	Dentine	1	5µm	0,019	20µm	0,040
		2	5µm	0,017	20µm	0,037

Tabela 5: Rugosidade média de cada amostra analisada em AFM

Segundo a análise em AFM o grupo que apresenta valores menores de Ra numa escala de 5µm é o Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> Enamel, enquanto o Herculite XRV <sup>TM</sup> Enamel apresenta os valores mais altos. Em relação à escala de 20µm, o o Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> Dentine tem o Ra mais baixo, e o Herculite XRV <sup>TM</sup> Dentine o mais alto.

## DISCUSSÃO

O acabamento e polimento de uma restauração em compósito são passos críticos para o sucesso a longo prazo da mesma (Endo *et al.*, 2010) e, como já referido, uma superfície lisa acumula menos placa bacteriana, evitando a cárie secundária, irritação gengival, infiltração marginal, entre outros fatores, predisponentes para um insucesso da restauração (Ozel *et al.*, 2008; Mourouzis *et al.*, 2009; Poggio *et al.*, 2012).

Devido à composição de cada resina composta, é inatingível uma superfície totalmente lisa, isto é, diferenças em relação ao tipo e tamanho de partículas e percentagem de carga, influenciam na rugosidade de superfície (Ozel *et al.*, 2008; Torres *et al.*, 2009; Hosoya *et al.*, 2011).

Neste estudo, foi avaliado a rugosidade média de superfície (Ra) de 6 tipos de compósito: 2 microhíbridos e 4 nanohíbridos, após aplicação do sistema de polimento *multi-step* Jiffy Polisher® idêntico a todas as amostras. A avaliação do Ra fez-se a partir de análise em rugosímetro e AFM, porque uma superfície não deve ser caracterizada por um só tipo de medidor de rugosidade, pelo que a combinação de rugosímetro e AFM nos dá resultados mais válidos (Erdemir *et al.*, 2012).

Após a fase experimental e laboratorial, procedeu-se à análise estatística dos resultados obtidos no rugosímetro. Essa análise demonstrou não haver diferenças estatisticamente significativas entre as várias resinas, por isso as hipóteses nulas foram aceites. Como método comparativo, temos os resultados obtidos em AFM com imagens de superfície que mostra em 3 dimensões a superfície de cada amostra.

Todas as amostras foram sujeitas a fotopolimerização durante 40 seg., a 600mW/cm<sup>2</sup>, interposto por uma matriz de acetato (*Mylar strip*) e uma placa de vidro, de forma a remover os excessos da amostra. A intensidade do fotopolimerizador foi controlada regularmente com um radiómetro. Conforme Ghinea e seus colaboradores, esta fase laboratorial é crucial, pois a fotopolimerização destes tipos de compósitos necessita de ser a ideal, de modo a atingir as propriedades mecânicas adequadas (Ghinea *et al.*, 2011).

Por sua vez, a matriz de acetato (*Mylar strip*) promove, em muitas situações, uma superfície mais lisa do que quando as amostras são polidas (Turkun *et al.*, 2004; Ozel *et al.*, 2008; Erdemir *et al.*, 2012). Apesar de ser mais lisa, remover a resina mais externa através de acabamento de polimento tende a produzir uma superfície mais dura,

resistente ao desgaste e, conseqüentemente, uma interface compósito/dente mais íntegro (Ozel *et al.*, 2008).

Apesar de na prática clínica corrente já serem usuais técnicas de polimento *One-step*, optou-se pelo sistema de polimento Jiffy Polisher® (*multi-step*) pois os sistemas *multi-step* conferem melhores resultados de polimento (Yap *et al.*, 2004). Antes do polimento com Jiffy Polisher® todas as amostras foram polidas com um disco de polimento de grão 800 com água, durante 30 seg. a 100 rpm, numa polidora (Ecomet 3, Buehler Ltd., Lake Buff, IL, EUA). Este procedimento serviu para regularizar todas as amostras, e assim padronizá-las, uma vez que devido ao tamanho das mesmas não se conseguiu obter uma superfície homogênea.

Seguiu-se o polimento Jiffy Polisher®. Aplicaram-se 3 borrachas de polimento em forma de cúpula que vão diminuindo gradualmente de abrasividade, durante 90 seg cada borracha, a média/baixa velocidade, e com água. Foi realizado sempre pelo mesmo operador, para evitar a variabilidade entre os mesmos, tal como é suportado pela literatura (Yap *et al.*, 2004; Endo *et al.*, 2010).

As diferenças de rugosidade tanto podem ser devidas à composição da resina composta, como às características dos utensílios utilizados, desde a geometria à dureza das partículas abrasivas (Giacomelli *et al.*, 2010), da velocidade e forma como é aplicado as borrachas de polimento (Scheibe *et al.*, 2009). Como tal, compreende-se que as ligeiras variações de Ra possam dever-se a uma distribuição não homogênea do abrasivo ao longo da superfície da amostra (Yap *et al.*, 2004), e como verificado por Korkmaz e seus colaboradores, a pressão exercida do utensílio de polimento e a orientação pode afetar o polimento (Korkmaz *et al.*, 2008). Assim, pode compreender-se a razão das ligeiras flutuações de rugosidade média observadas em cada grupo.

Nos grupos em estudo, as alterações de rugosidade não são estatisticamente significativas. Essas alterações, como foi referido anteriormente, podem estar relacionadas com a dificuldade de homogeneidade da técnica de polimento, como também das características intrínsecas de cada material. Clinicamente estas informações são importantes porque uma superfície mais rugosa acumula mais placa bacteriana, o que influencia a duração do compósito e pode ter repercussões em relação a cárie secundária, e problemas periodontais.

Como técnica comparativa, avaliaram-se 12 amostras em AFM. Starostina e seus colaboradores, refere que a resolução do AFM é maior comparado às técnicas tradicionais SEM (microscópio eletrónico de varrimento) e TEM (microscópio de transmissão eletrónica) e que a principal vantagem da AFM é a caracterização morfológica com medições diretas de volume e imagens em 3D (Starostina *et al.*, 2006). Esta técnica tem emergido como a mais fiável para a avaliação de superfície rugosidade (Giacomelli *et al.*, 2010).

As imagens obtidas em AFM à escala de 5µm e 20µm fortificam os valores de Ra do rugosímetro, ou seja, as amostras de Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> apresentam uma superfície mais lisa, com menor quantidade de picos e depressões e mais homogénea do que a superfície das amostras de Herculite XRV <sup>TM</sup>, que se apresentam muito heterogéneas, com grandes depressões e picos. O Enamel Plus HRi encontra-se com uma superfície intermédia, podendo encontrar-se superfícies bem polidas a mais heterogéneas.

Apesar destes não apresentarem grande diferença de Ra podemos afirmar que o Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> apresenta os melhores valores, tanto para dentina como esmalte e o Herculite XRV <sup>TM</sup> representa os piores valores para esmalte e dentina.

É sabido que durante o acabamento e polimento pode ocorrer a desintegração das partículas do compósito, o que deixa espaços vazios e, por isso, compósitos com partículas mais pequenas deixam espaços mais pequenos. Isto está de acordo com o estudo de Yap e seus colaboradores, bem como de Antonson, corroborando, assim, apesar de não haver diferenças estatisticamente significativas, que os compósitos nanohíbridos, Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> (tamanho das partículas varia entre 0,4µm a 50nm) e Enamel Plus HRi (partículas entre 1,0 µm e 20 nm) apresentem uma superfície mais suave, e os microhíbridos Herculite XRV <sup>TM</sup> (partículas de 0,6 µm) superfícies ligeiramente mais rugosas (Yap *et al.*, 2004; Antonson *et al.*, 2011). Assim, as resinas compostas com partículas maiores ficam, consequentemente, com maiores espaços. Estudos realizados por Pontes e seus colaboradores e por Erdemir e seus colaboradores, também comprovam que resinas compostas por partículas mais pequenas apresentam uma rugosidade menor (Pontes *et al.*, 2009; Erdemir *et al.*, 2012).

Pode verificar-se tal facto, nas imagens obtidas em AFM, uma vez que os compósitos com partículas maiores apresentarem sulcos mais profundos e picos mais altos, provavelmente criados por desintegração de partículas de maiores dimensões



influenciando, significativamente, a rugosidade de superfície. Por outro lado, podemos verificar nas imagens do Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> sulcos e picos muito mais pequenos, possivelmente associado à desintegração das partículas.

Contudo, Torres e seus colaboradores apresentam um estudo realizado com diferentes tipos de compósitos (desde microhíbridos a nanoparticulados), no qual se esperaria que as resinas nanoparticuladas apresentassem um melhor polimento, mas tal não acontece. Estes resultados podem ser explicados pelas partículas de carga com formato esférico que o compósito microhíbrido apresenta e, que quando sujeitas ao polimento, promovem uma superfície mais lisa. (Torres *et al.*, 2009).

Múltiplos estudos sugerem que a rugosidade de superfície crítica, a partir da qual começa a ocorrer acumulação de placa, é 0,2µm (Yap *et al.*, 2004; Scheibe *et al.*, 2009; Antonson *et al.*, 2011; Da Costa *et al.*, 2011; Hosoya *et al.*, 2011; Santos *et al.*, 2011). Os valores obtidos, neste estudo, no rugosímetro são ligeiramente superiores a este valor. Endo e colaboradores, referem que o valor de referência 0,2µm contradiz alguns estudos onde evidencia que não há diferenças na acumulação de placa numa rugosidade compreendida entre 0,7µm-1,4µm (Endo *et al.*, 2010). De acordo com Chung e colaboradores, uma superfície é visualmente lisa quando Ra < 1µm (Chung *et al.*, 1994).

Apesar da tentativa de mimetizar as condições clínicas, tal como o tempo de fotopolimerização, o armazenamento numa estufa a 37°C e o polimento, existem algumas limitações que podem influenciar os resultados obtidos neste estudo *in vitro*. A fotopolimerização das amostras com diâmetro de 10mm pode implicar uma polimerização não homogénea da amostra, podendo influenciar as características extrínsecas (Palin *et al.*, 2003). A dificuldade em exercer a mesma pressão sobre as amostras durante o polimento também pode alterar o Ra ao longo da superfície (Korkmaz *et al.*, 2008).

A aplicação de um sistema *Multi-step* em superfícies planas, lisas e acessíveis, a nível clínico, muitas vezes não acontece. O facto de só se ter procedido a um tipo de polimento limita o estudo (Yap *et al.*, 2004).

Uma limitação dos estudos, que pode tornar a comparação entre os mesmos subjectiva é o operador, que varia de estudo para estudo e que pode afetar os resultados

obtidos, tendo em conta que o operador pode influenciar o polimento das amostras, e consequentemente a rugosidade das mesmas (Walker *et al.*, 2006).

Outra limitação encontrada neste estudo foi a escassez de literatura que compare os valores de Ra de compósitos dentinários com os de esmalte, o que dificulta a discussão dos resultados.

A literatura encontra-se limitada em relação aos compósitos utilizados, sendo necessário mais estudos que comprovem esta análise, bem como estudos comparando diferentes tipos de polimento, com o intuito de avaliar as diferentes alterações de superfície que estes podem provocar (Torres *et al.*, 2009).

Os estudos são controversos quando se referem ao facto de partículas pequenas serem mais facilmente polidas, o que sugere a necessidade de mais investigação científica. Adicionalmente, também são necessários mais estudos *in vivo* para definir valores a partir do qual há adesão bacteriana, uma vez que os estudos existentes são controversos e uma rugosidade abaixo de 0,2µm é difícil de atingir (Da Costa *et al.*, 2011; Hosoya *et al.*, 2011).

## CONCLUSÃO

Pode concluir-se que as hipóteses nulas são aceites, porque não há diferenças estatisticamente significativas entre grupos. Contudo, O Herculite XRV Ultra <sup>TM</sup> apresenta menor rugosidade de superfície e que Herculite XRV <sup>TM</sup> apresenta maior rugosidade. Estas variações de rugosidade devem-se a diferenças estruturais entre compósitos, como o tamanho das partículas e quantidade de carga.

É possível concluir que a fotopolimerização pode levar a alterações de superfície, devido ao grau de conversão e, conseqüentemente, a diferenças de rugosidade.

O polimento também tem uma influência na rugosidade, pois as condições a que este é submetido, tais como velocidade e pressão, podem alterar a rugosidade de superfície.

A utilização de AFM, como complemento da análise do rugosímetro, demonstrou ser eficaz, corroborando os resultados obtidos no rugosímetro, sendo as imagens em 3D uma mais valia para o estudo.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Antonson SA, Yazici AR, Kilinc E, Antonson DE, Hardigan PC. Comparison of different finishing/polishing systems on surface roughness and gloss of resin composites. *J Dent* 39S (2011) e9 – e17.
2. Andrade AK, Duarte RM, Lima SJ, Passos TA, Lima KC, Montes MA. Nanohybrid Versus Nanofill Composite in Class I Cavities: Margin Analysis After 12 Months. *Microsc Res Techniq*. 2011; 74: 23–27.
3. Bala O, Arisu HD, Yikilgan I, Arslan S, Gullu A. Evaluation of surface roughness and hardness of different glass ionomer cements. *Eur J Dent*. 2012 January; 6(1): 79–86.
4. Bashetty K, Joshi S. The effect of one-step and multi-step polishing systems on surface texture of two different resin composites. *J Conserv Dent*. 2010 Jan;13(1):34-8.
5. Botta AC, Junior D, Filho PI, Gheno SM. Effect of Dental Finishing Instruments on the Surface Roughness of Composite Resins as Elucidated by Atomic Force Microscopy. *Microsc. Microanal*. 2008; 14, 380–386.
6. Chen MH. Update on dental nanocomposites. *J Dent Res*. 2010; 89(6):549-60.
7. Chung KH. Effects of finishing and polishing procedure on the surface texture of resin composites. *Dent Mat*. 1994, 10(5) 325-330.
8. Da Costa JB, Gonçalves, Ferracane JL. Comparison of two-step versus four-step composite finishing/polishing disc systems: Evaluation of a new two-step composite polishing disc system. *O Dent*, 2011; 36-2, 205-212.
9. Endo T, Finger W, Kanehira M, Utterodt A, Komatsu M. Surface texture and roughness of polished nanofill and nanohybrid resin composites. *Dent Mat* 2010; 29(2): 213–223.
10. Erdemir U, Sancakli H, Yildiz E. The effect of one-step and multi-step polishing systems on the surface roughness and microhardness of novel resin composites. *Euro J Dental*. 2012 Apr; 6(2):198-205.
11. Frankenberger R, Reinelt C, Krämer N. Nanohybrid vs. fine hybrid composite in extended class II cavities: 8-year results. *Clin Oral Invest*. 2013; DOI 10.1007/s00784-013-0957-8.

12. Filho H, D'Azevedo M, Nagem H, Marsola F. Surface roughness of composite resins after finishing and polishing. *Braz Dent J*. 2003; 14(1): 37-41.
13. Ghinea R, Ugarte-Alvan L, Yebra A, Pecho OE, Paravina RD, Perez M. Influence of surface roughness on the color of dental-resin composites. *J Zhejiang Univ Sci B*. 2011 Jul; 12(7): 552-62.
14. Giacomelli L, Derchi G, Frustaci A, Bruno O, Covani U, Barone H, et al. Surface roughness of commercial composites after different polishing protocols: An analysis with atomic force microscopy. *Open Dent J*. 2010; 4: 191-194.
15. Hosoya Y, Shiraishi T, Odatsu T, Nagafuji J, Kotaku M, Miyazaki M, et al. Effects of polishing on surface roughness, gloss, and color of resin composites. *J Oral Sci*. 2011; 53(3): 283-291.
16. Ilie N, Hickel R. Investigations on mechanical behaviour of dental composites. *Clin Oral Investig*. 2009 Dec;13(4):427-38.
17. Ilie N, Hickel R. Resin composite restorative materials. *Aust Dent J* 2011; 56: (1 Suppl): 59–66.
18. Kameyama A, Nakazawa T, Haruyama A, Haruyama C, Hosaka M, Hirai Y. Influence of Finishing/Polishing Procedures on the Surface Texture of Two Resin Composites. *Open Dent J*, 2008, 2, 56-60.
19. Karaarslan ES, Bulbul M, Yildiz E, Secilmis A, Sari F, Usumez A. Effects of different polishing methods on color stability of resin composites after accelerated aging. *Dent Mat* 2013; 32(1): 58–67.
20. Korkmaz Y, Ozel E, Attar N, Aksoy G. The influence of one-step polishing systems on the surface roughness and microhardness of nanocomposites. *Oper Dent*. 2008; 33(1): 44-50.
21. Lainović T, Vilotić M, Blažić L, Kakaš D, Marković D, Ivanišević A. Determination of surface roughness and topography of dental resin-based nanocomposites using AFM analysis. *Bosn J Basic Med Sci* 2013; 13 (1): 34-43.
22. Mathias J, Kavitha S, Mahalaxmi S. A comparison of surface roughness after micro abrasion of enamel with and without using CPP-ACP: An *in vitro* study. *J Conserv Dent*. 2009 Jan;12(1):22-5.
23. Mendes AP, Barceleiro MO, Reis RS, Bonato LL, Dias KR. Changes in Surface Roughness and Color Stability of Two Composites Caused by Different Bleaching Agents. *Braz Dent J* (2012) 23(6): 659-666)

24. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. J Am Dent Assoc. 2003; 134(10): 1382-90.
25. Mourouzis P, Koulaouzidou EA, Vassiliadis L, Antoniadis M. Effects of sonic scaling on the surface roughness of restorative materials. J Oral Sci. 2009; Vol 51, No. 4, 607-614.
26. Ozel E, Korkmaz Y, Attar N, Karabulut E. Effect of one-step polishing systems on surface roughness of different flowable restorative materials. Dent Mat. 2008; 27(6): 755-764.
27. Palin WM, Fleming GJ, Burke FJ, Marquis PM, Randall RC. The reliability in flexural strength testing of a novel dental composite. J Dent. 2003 Nov; 31 (8):549-43.
28. Poggio C, Dagna A, Chiesa M, Colombo M, Scribante A. Surface roughness of flowable resin composites eroded by acidic and alcoholic drinks. J Conserv Dent. 2012 Apr-Jun; 15 (2): 137-140.
29. Pontes AP, Mainieri ET, Pacheco JF, Martins JL, Shinkai RA, Mainieri VC. Rugosidade superficial de compósitos microparticulados e nanoparticulados após acabamento e polimento. RGO, Porto Alegre, abr./jun. 2009; v. 57, n.2, p. 179-182.
30. Puckett AD, Fitchie JD, Kirk PC, Gamblin J. Direct Composite Restorative Materials. Dent Clin North Am. 2007; 51(3): 631-633.
31. Rastelli NA, Jacomassi DP, Faloni AP, Queiroz TP, Rojas S, et al. The Filler Content of the Dental Composite Resins and Their Influence on Different Properties. 2012; Microscopy Research and Technique 75:758–765.
32. Santos PH, Pavana S, Suzukia TY, Brisob AL, Assunção WG, et al. Effect of fluid resins on the surface roughness and topography of resin composite restorations analyzed by atomic force microscope. J Mech Behav Biomed Mater. 2011; 433-439.
33. Scheibe K, Almeida KG, Medeiros IS, Costa JF, Alves CM. Effect of different polishing systems on the surface roughness of microhybrid composites. J Appl Oral Sci. 2009;17(1):21-6.
34. Schmidt C, Ilie N. The effect of aging on the mechanical properties of nanohybrid composites based on new monomer formulations. 2013; Clin Oral Invest 17:251–257.
35. Starostina N, West P. Part II: Sample Preparation for AFM Particle Characterization. Pacific Nanotechnology, Inc. Revision.1/16/06.

36. Setcos J, Tarim B, Suzuki S. Surface finish produced on resin composites by new polishing systems. *Quintessence Int.* . 1999; 30(3): 169-173.
37. Torres CRG, Borges AB, Pucci CR, Barcellos DC, Lima VF, Paradella TC. Análise da rugosidade superficial de diferentes materiais restauradores estéticos após polimento com discos ou pastas abrasivas. *Braz Dent Sci.* 2009; 12(4): 46-51.
38. Türkün LS, Türkün M. The effect of one-step polishing system on the surface roughness of three esthetic resin composite materials. *Oper Dent.* 2004; 29(2): 203-211.
39. Unursaikhan O, Lee J, Cha J, Park J, Jung U, et al. Comparative evaluation of roughness of titanium surfaces treated by different hygiene instruments. *J Periodontal Implant Sci.* 2012 June; 42(3): 88–94.
40. Walker MP, Haj-Ali R, Wang Y, Hunziker D, Williams KB. Influence of environmental conditions on dental composite flexural properties. *Dent Mater* 2006 Nov; 22 (11): 1002-7.
41. Watanabe T, Miyazaki M, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S. Influence of polishing duration on surface roughness of resin composites. *J Oral Sci.* 2005; 47(1): 21-25.
42. Yap AUJ, Yap SH, Teo CK, Ng TT. Finishing/polishing of composite and compomer restoratives: effectiveness of one-step systems. *Oper Dent.* 2004; 29(3): 275-279.

## **ANEXOS**



## ANEXO I- Tabelas e gráficos relativos à análise estatística

			<b>Ra (média)</b>	<b>Ry (média)</b>	<b>Rz (média)</b>
<b>XRV Herculite</b>	<b>Esmalte</b>	1	0,319	2.316	1.563
		2	0,309	2.853	2.049
		3	0,332	2.864	1.873
		4	0,335	2.802	1.776
		5	0,566	3.513	2.181
		6	0,386	4.022	2.478
		7	0,491	3.967	2.624
		8	0,474	3.710	2.333
		9	0,343	3.048	1.908
		10	0,325	3.208	2.048
	<b>Dentina</b>	1	0,405	3.432	2.458
		2	0,275	2.360	1.576
		3	0,511	3.900	2.478
		4	0,315	2.639	1.737
		5	0,299	2.314	1.389
		6	0,340	2.328	1.701
		7	0,314	2.511	1.683
		8	0,343	2.699	1.699
		9	0,304	2.654	1.683
		10	0,384	3.186	2.022

Tabela 6: Dados da análise no rugosímetro do compósito XRV Herculite

			<b>Ra (média)</b>	<b>Ry (média)</b>	<b>Rz (média)</b>
<b>HRI</b>	<b>Esmalte</b>	1	0,321	1.768	1.450
		2	0,291	2.191	1.598
		3	0,330	2.560	1.862
		4	0,260	2.083	1.575
		5	0,415	2.565	1.969
		6	0,405	3.281	2.257
		7	0,393	2.765	1.944
		8	0,363	4.046	3.240
		9	0,420	3.387	2.173
		10	0,304	2.302	1.712
	<b>Dentina</b>	1	0,457	3.483	2.443
		2	0,266	2.272	1.516
		3	0,257	2.396	1.680
		4	0,278	2.259	1.622
		5	0,307	2.380	1.741
		6	0,280	2.394	1.716
		7	0,352	2.573	1.663
		8	0,350	2.153	1.505
		9	0,398	2.548	1.948
		10	0,375	3.030	2.237

Tabela 7: Dados da análise de rugosidade do compósito Hri

			Ra (média)	Ry (média)	Rz (média)
<b>Herculite xrv Ultra</b>	<b>Esmalte</b>	1	0,369	2.883	1.965
		2	0,343	2.742	2.031
		3	0,320	2.773	1.862
		4	0,308	2.825	2.150
		5	0,423	3.509	2.546
		6	0,355	2.771	2.086
		7	0,308	2.892	2.128
		8	0,351	2.967	2.146
		9	0,268	2.143	1.538
		10	0,327	2.328	1.822
	<b>Dentina</b>	1	0,328	2.647	1.855
		2	0,287	2.544	1.746
		3	0,305	2.392	1.741
		4	0,495	3.837	2.445
		5	0,234	2.222	1.538
		6	0,280	2.486	1.827
		7	0,252	2.728	1.957
		8	0,298	2.961	2.145
		9	0,300	1.999	1.428
		10	0,265	2.492	1.931

Tabela 8: Dados da análise no rugosímetro do compósito XRV Ultra

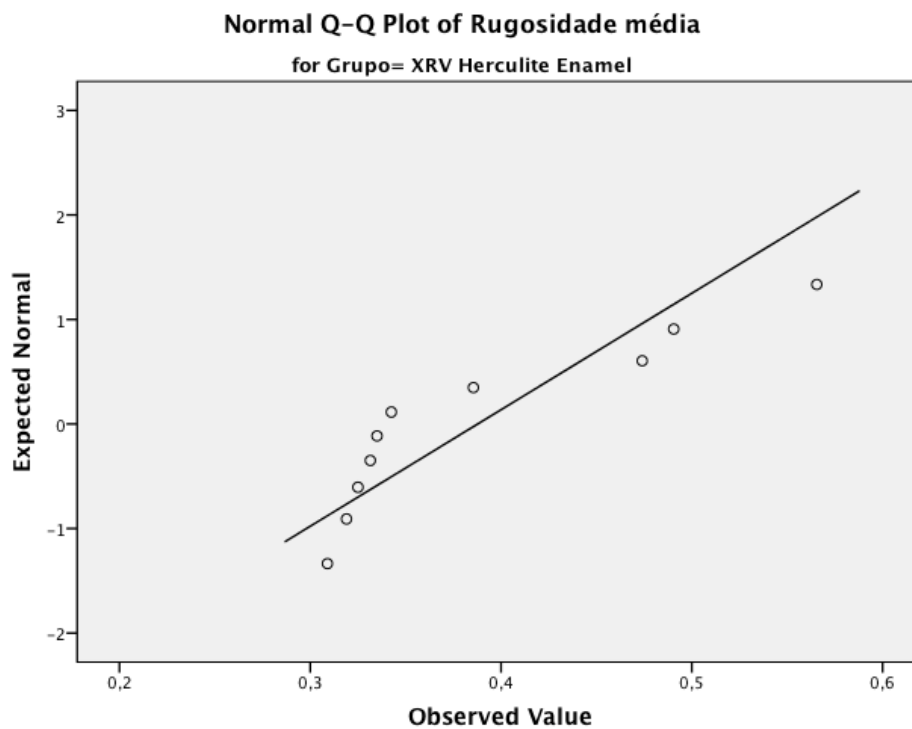


Gráfico 2: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao compósito XRV Herculite Enamel

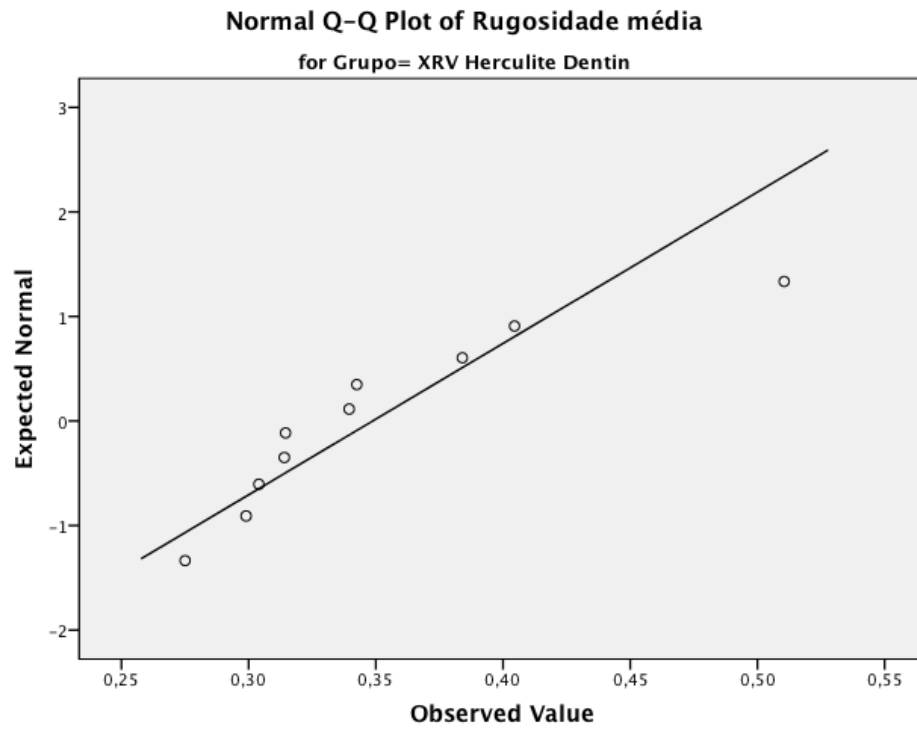


Gráfico 3: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao composto XRV Herculite Dentine

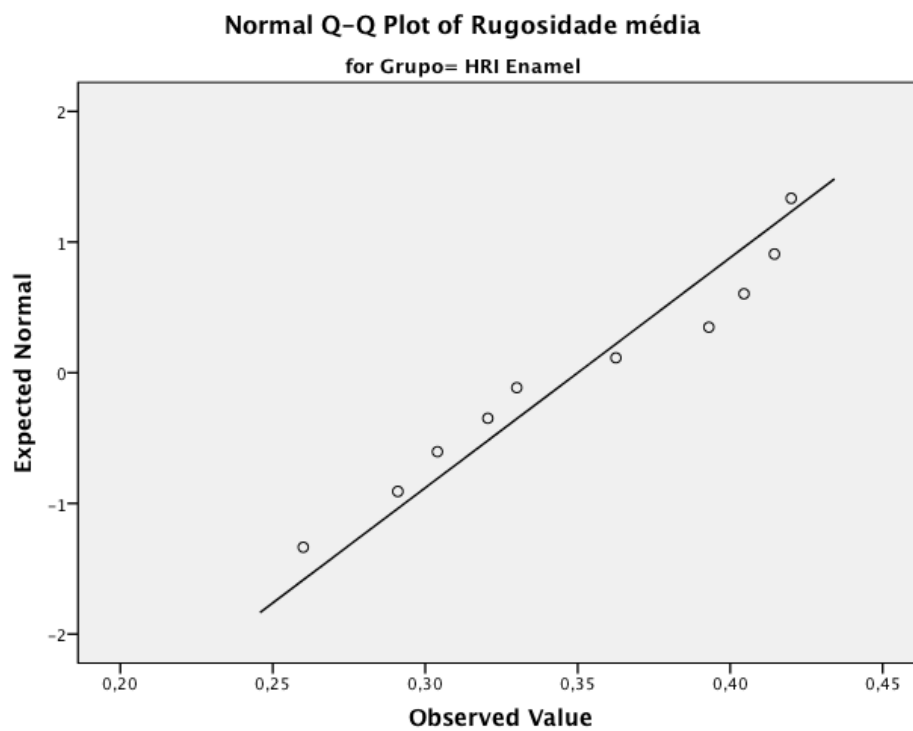


Gráfico 4: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao composto Enamel HRI Enamel

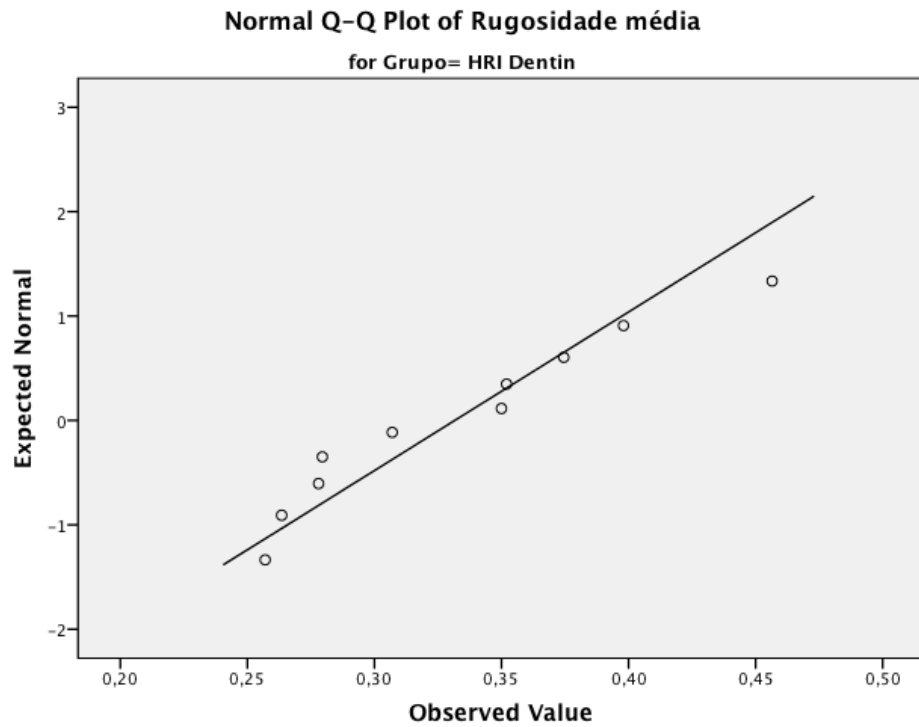


Gráfico 5: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao compósito Enamel HRI Dentine

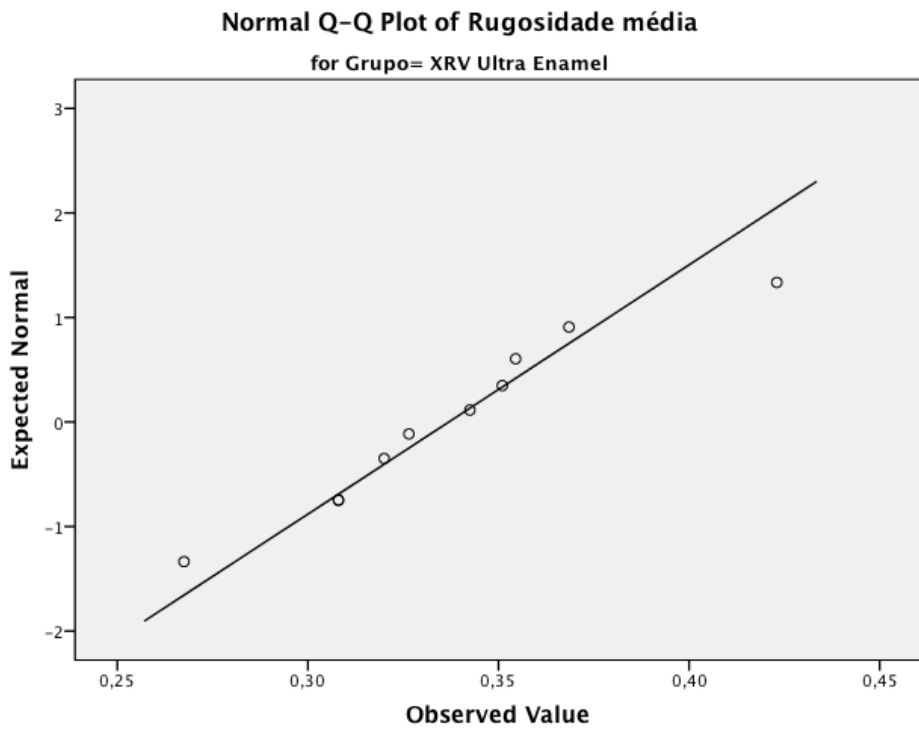


Gráfico 6: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao compósito XRV ultra esmalte

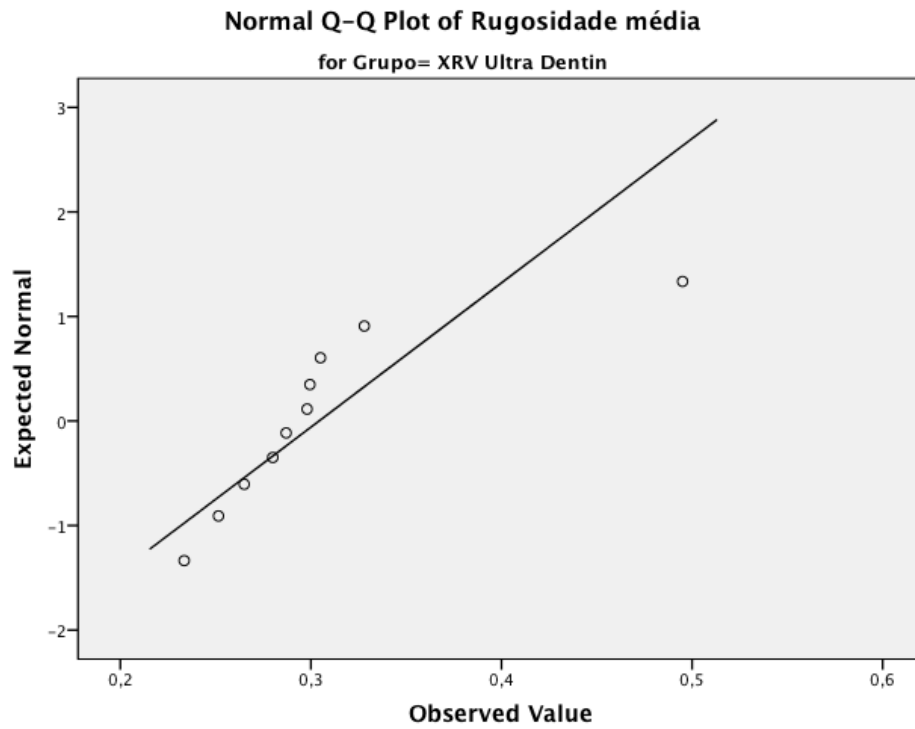


Gráfico 7: Teste de normalidade (Kolmogorov-Smirnov) para o Ra referente ao compósito XRV ultra Dentine

## ANEXOII- Imagens obtidas na análise em AFM

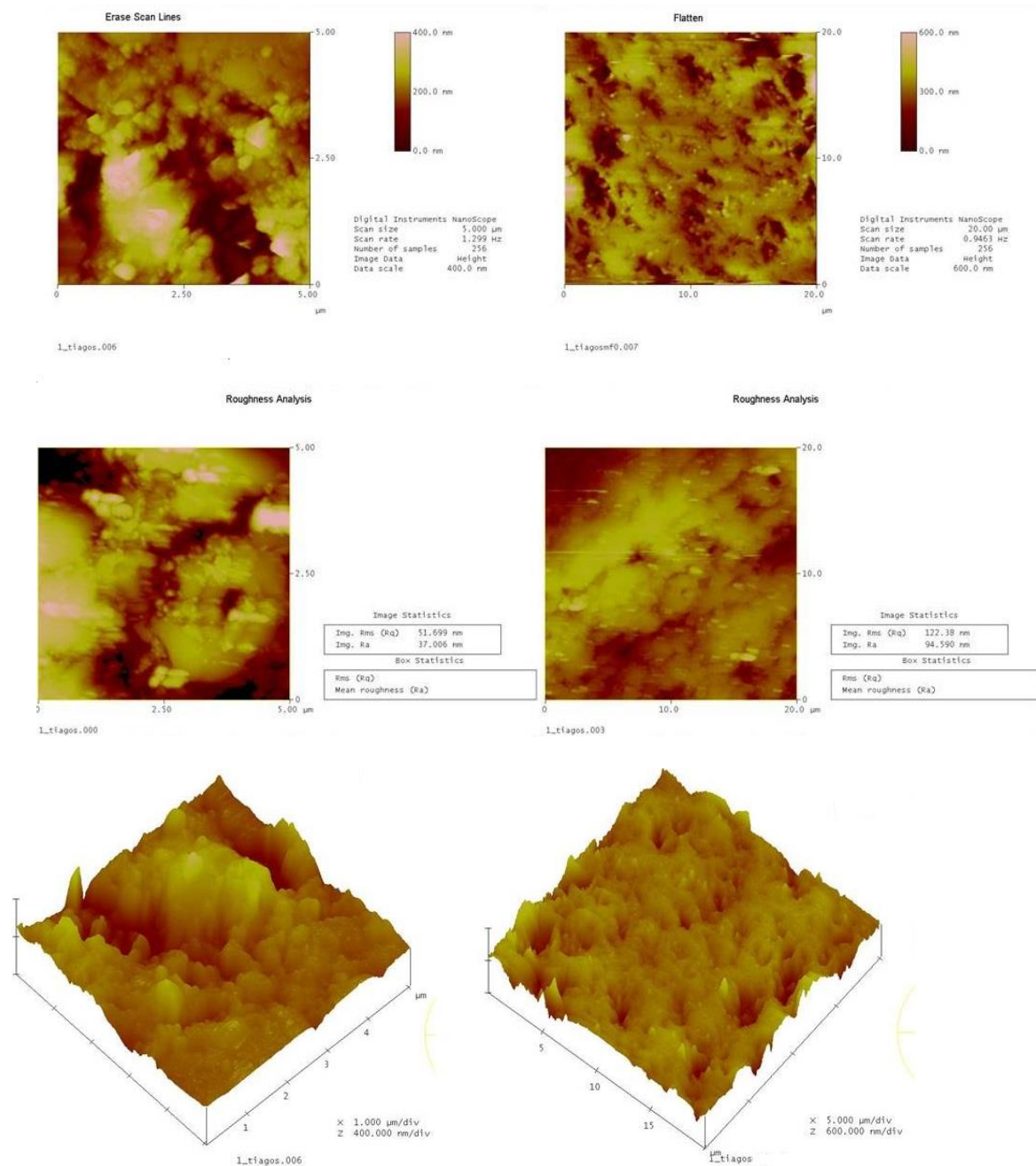


Fig. 20: Herculite XRV™ Enamel (amostra 1) análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5μm e 20 μm

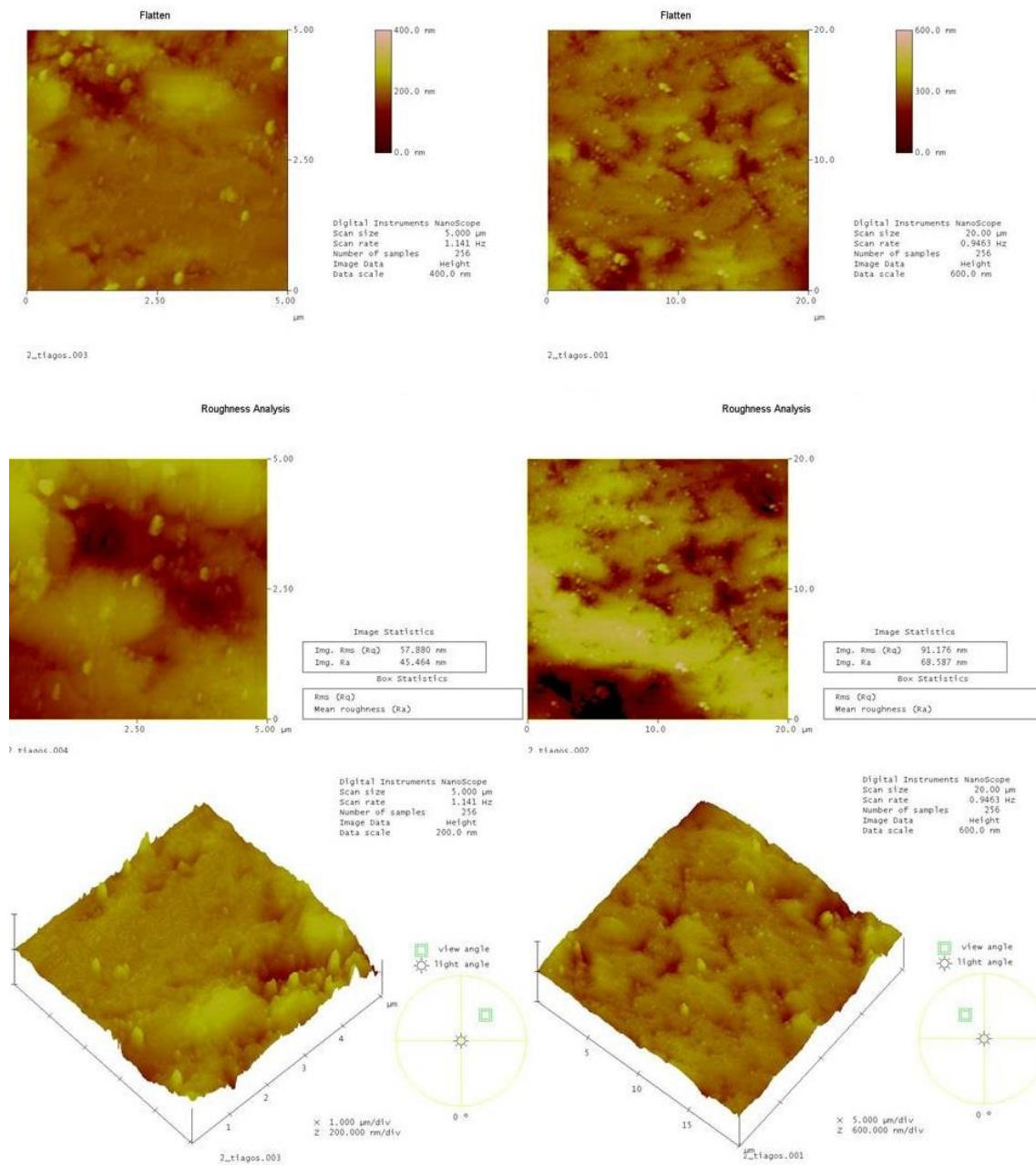


Fig. 21: Herculite XRV™ Enamel (amostra 2) análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5μm e 20 μm

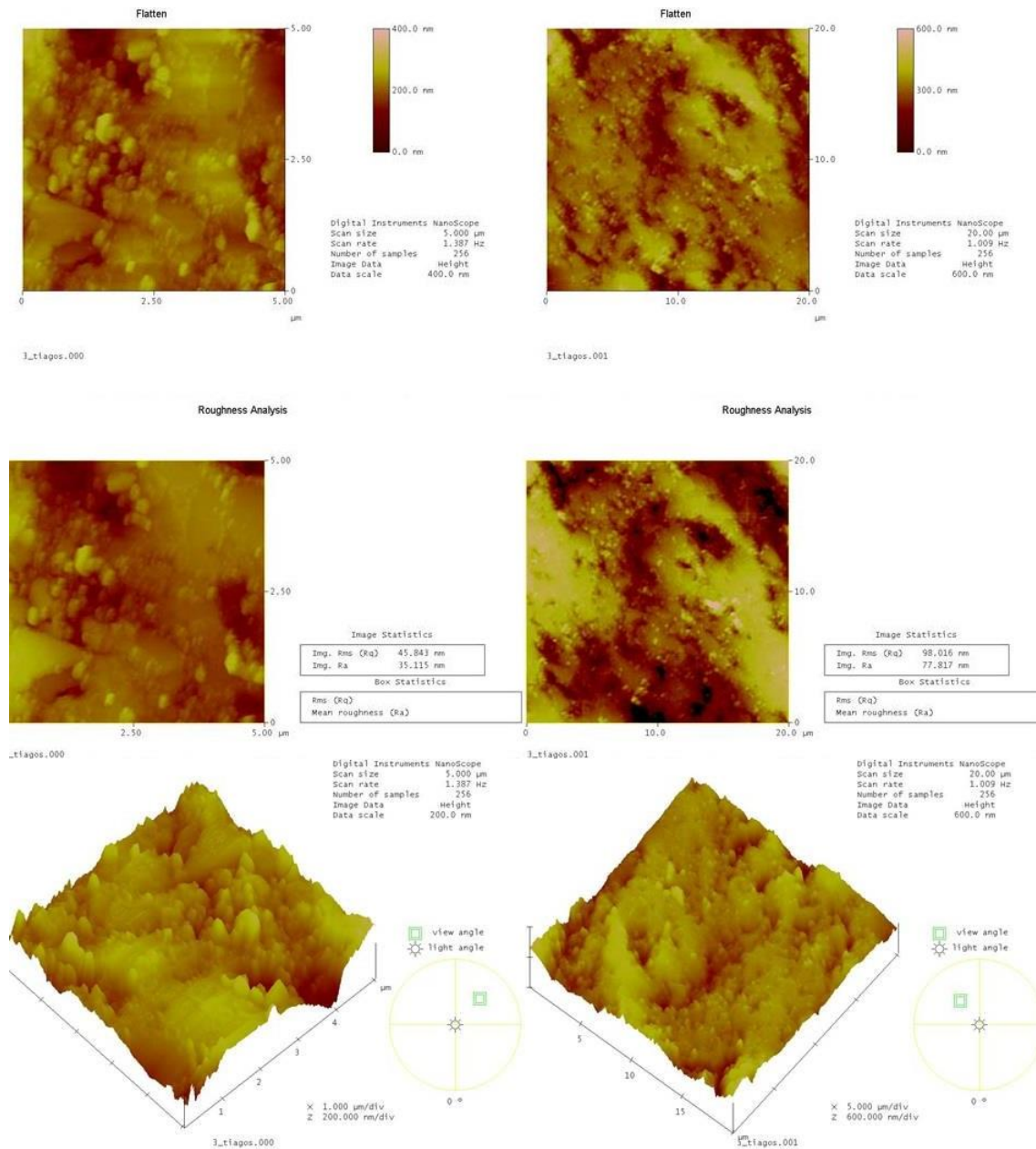


Fig. 22: Herculite XRV™ Dentine (amostra 1) análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5μm e 20 μm



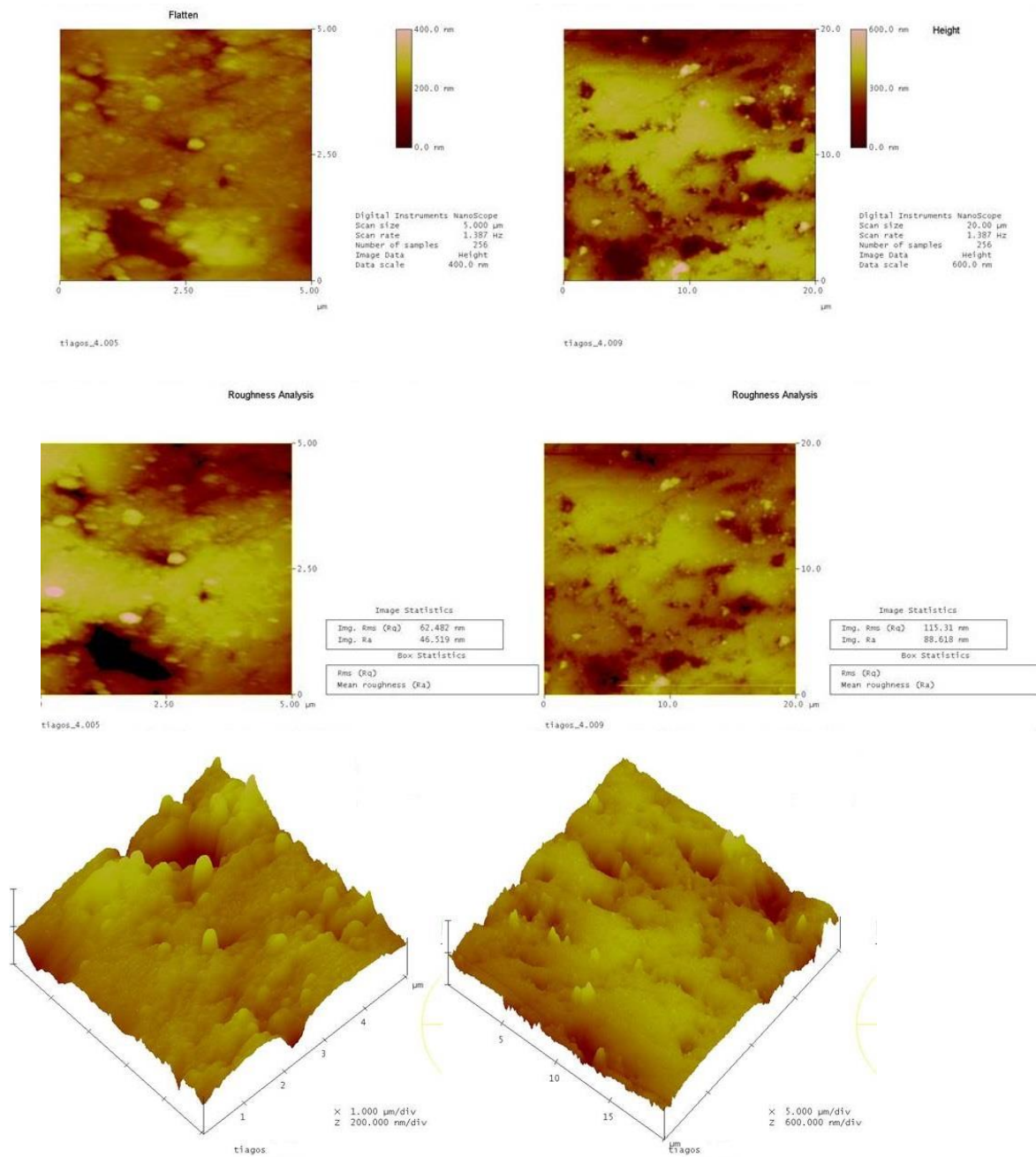


Fig. 23: Herculite XRV™ Dentine (amostra 2) análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5 μm e 20 μm

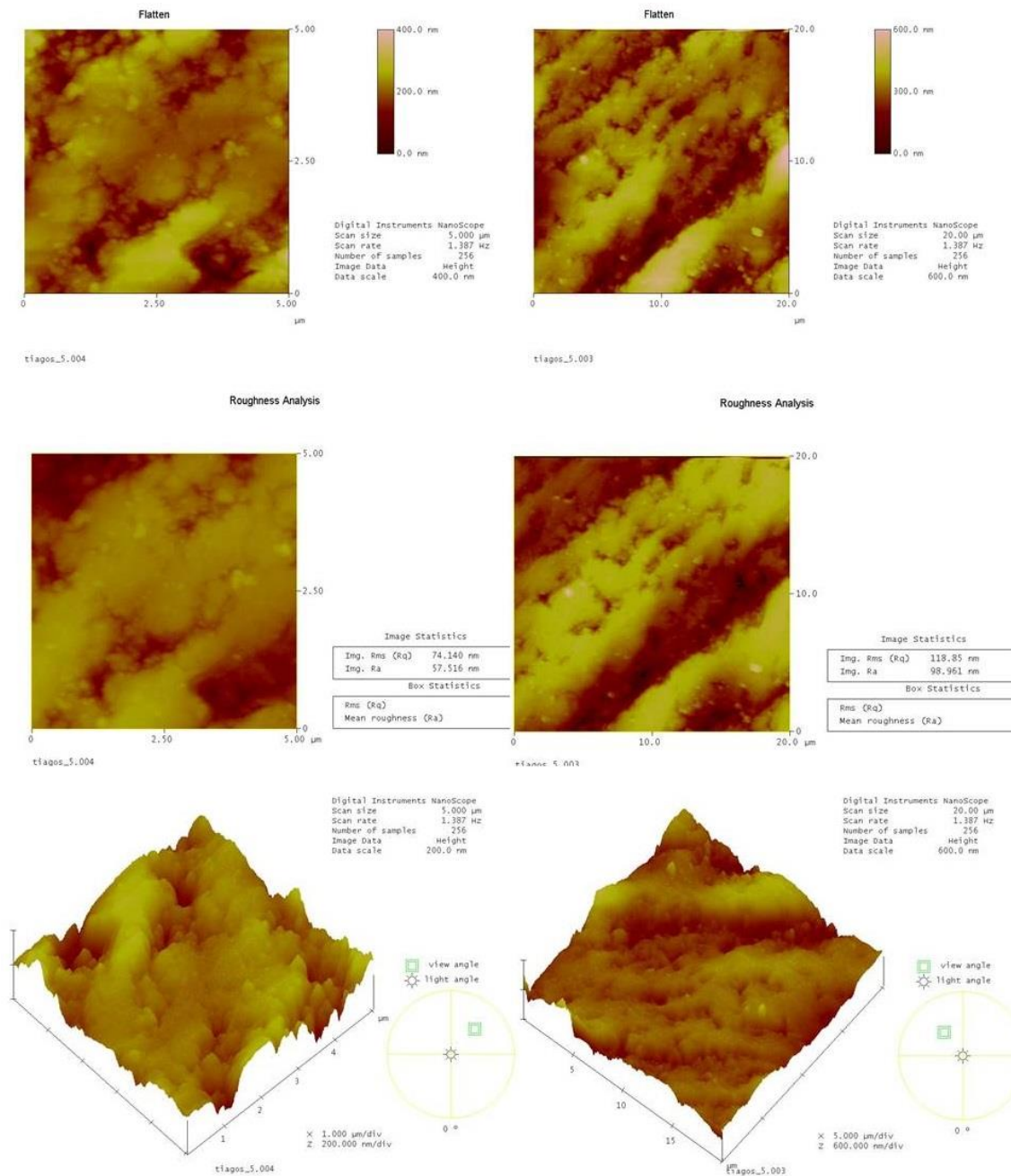


Fig. 24: Enamel Plus HRi Enamel (amostra 1), análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5 μm e 20 μm

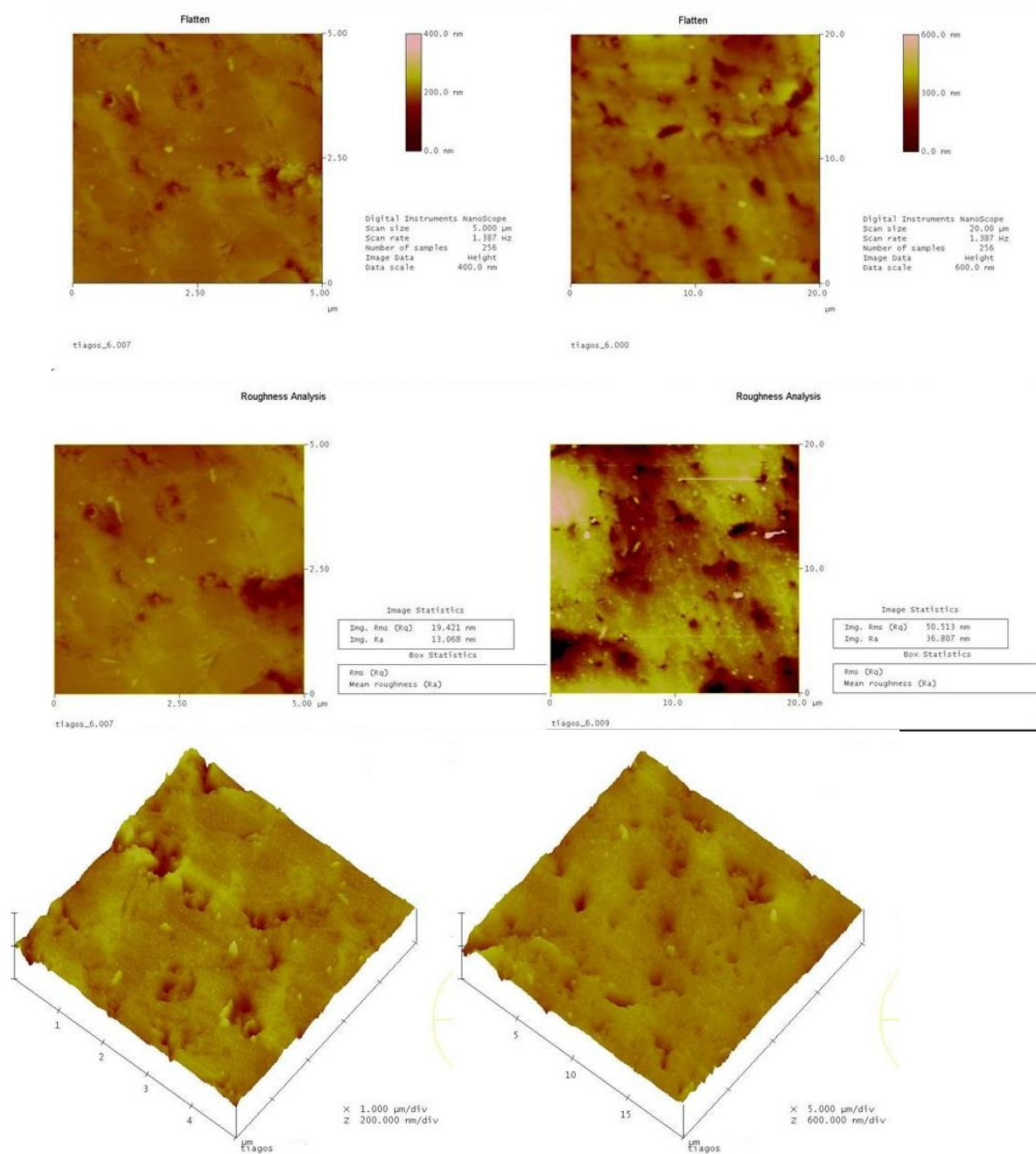


Fig. 25: Enamel Plus HRi Enamel (amostra 2), análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5 μm e 20 μm

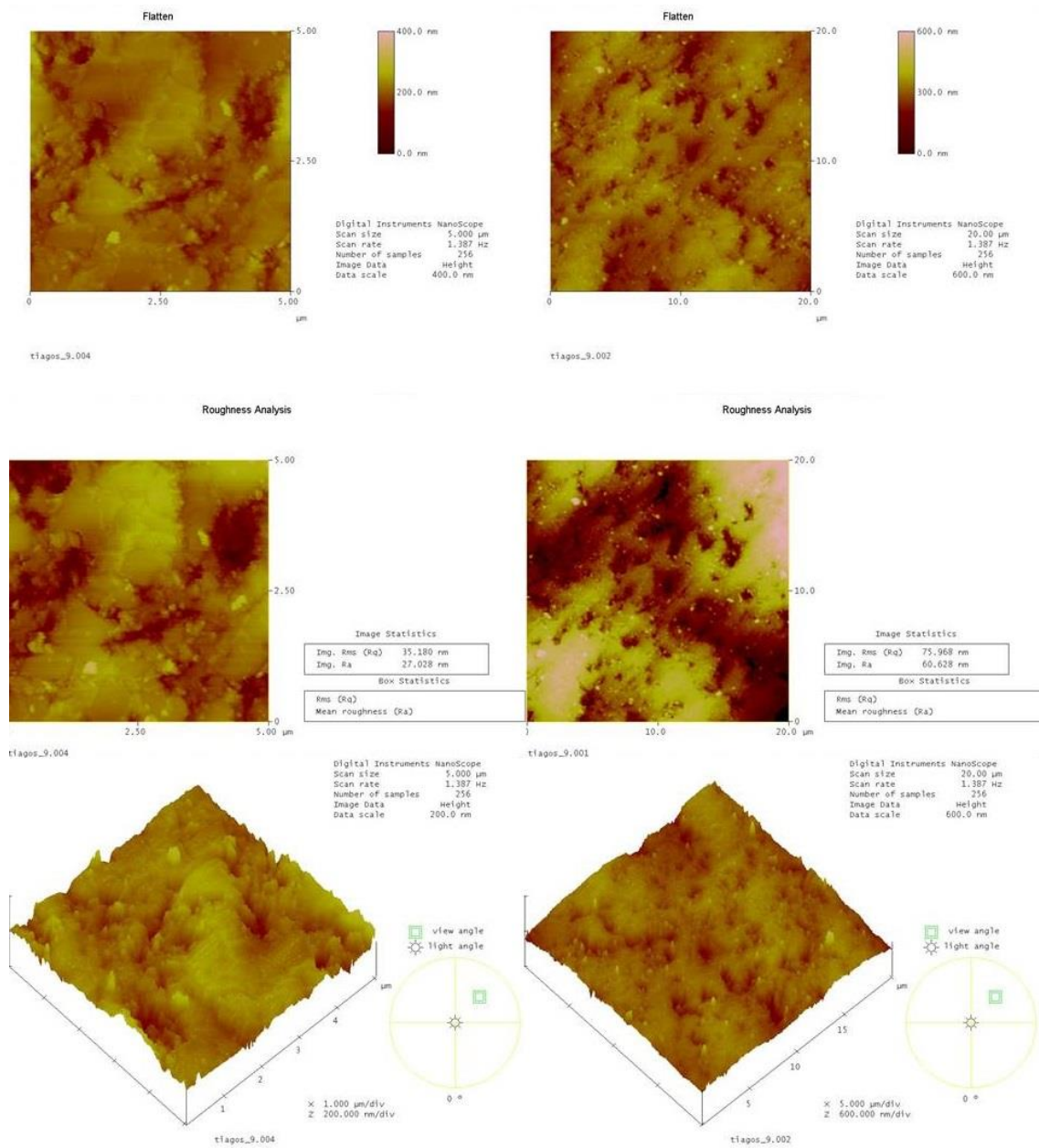


Fig. 26: Enamel Plus HRi Dentine (amostra 1), análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5  $\mu\text{m}$  e 20  $\mu\text{m}$



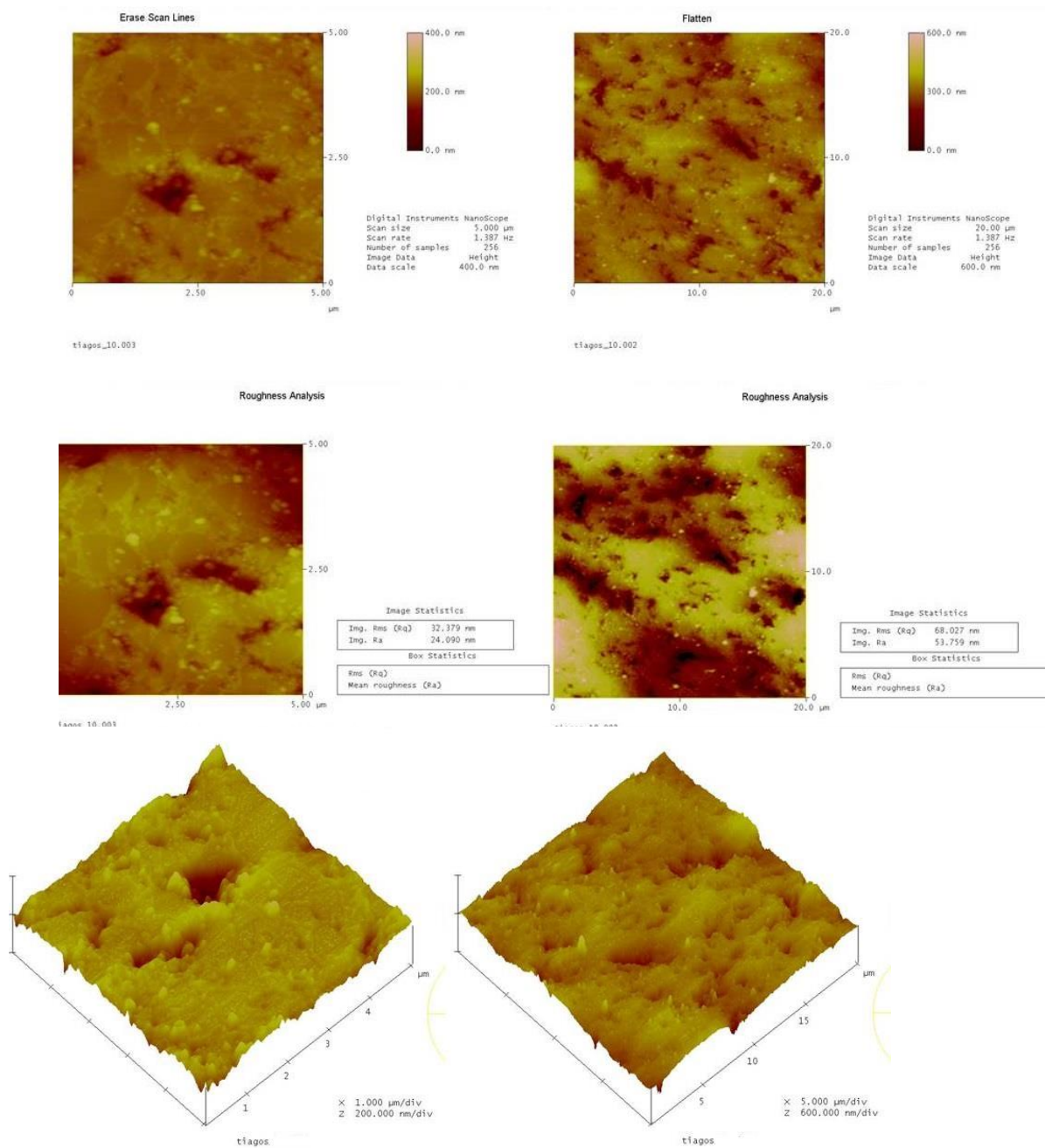


Fig. 27: Enamel Plus HRi Dentine (amostra 2), análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5 µm e 20µm

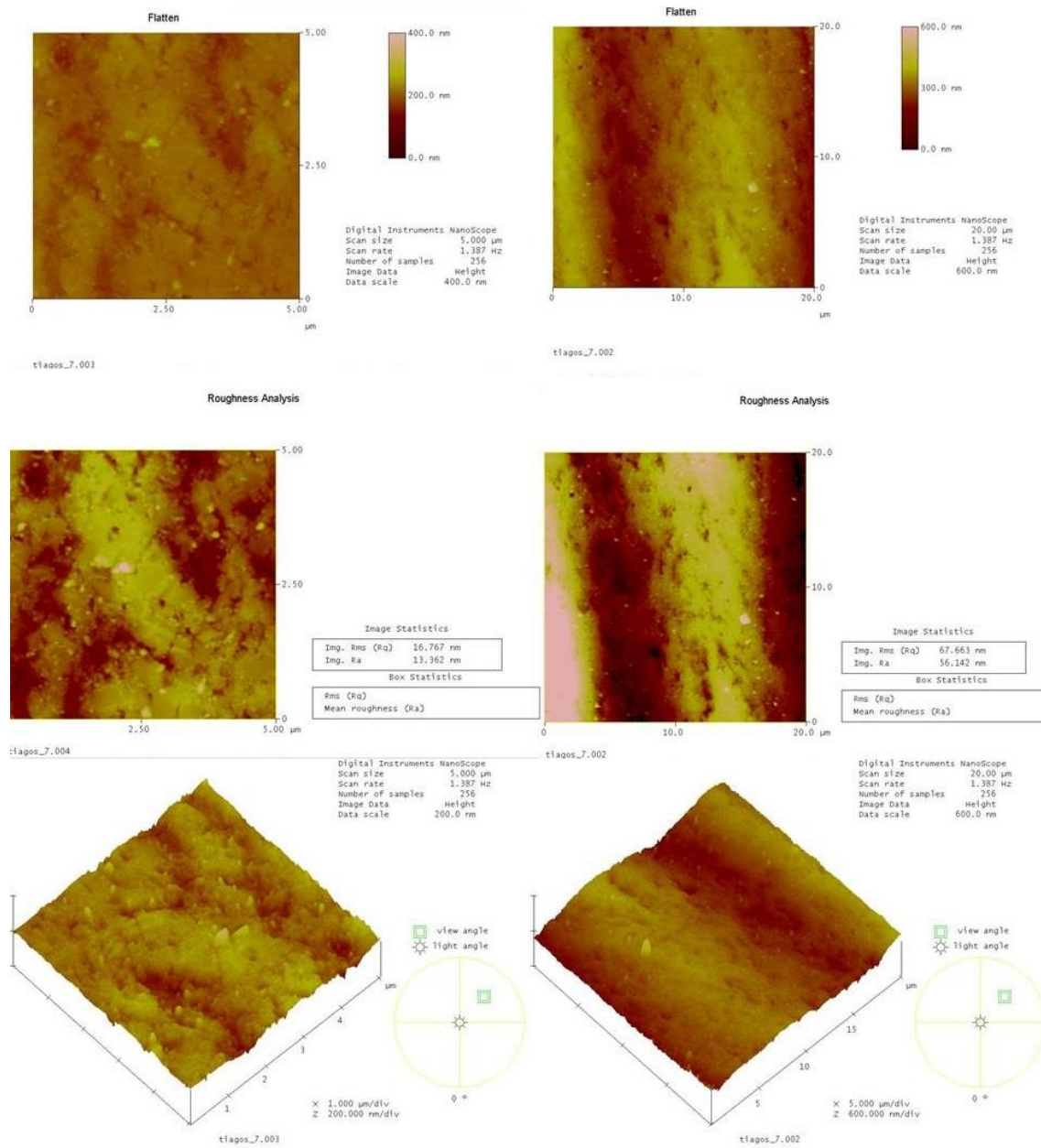


Fig. 28: Herculite XRV Ultra™ Enamel (amostra 1), análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5 µm e 20µm

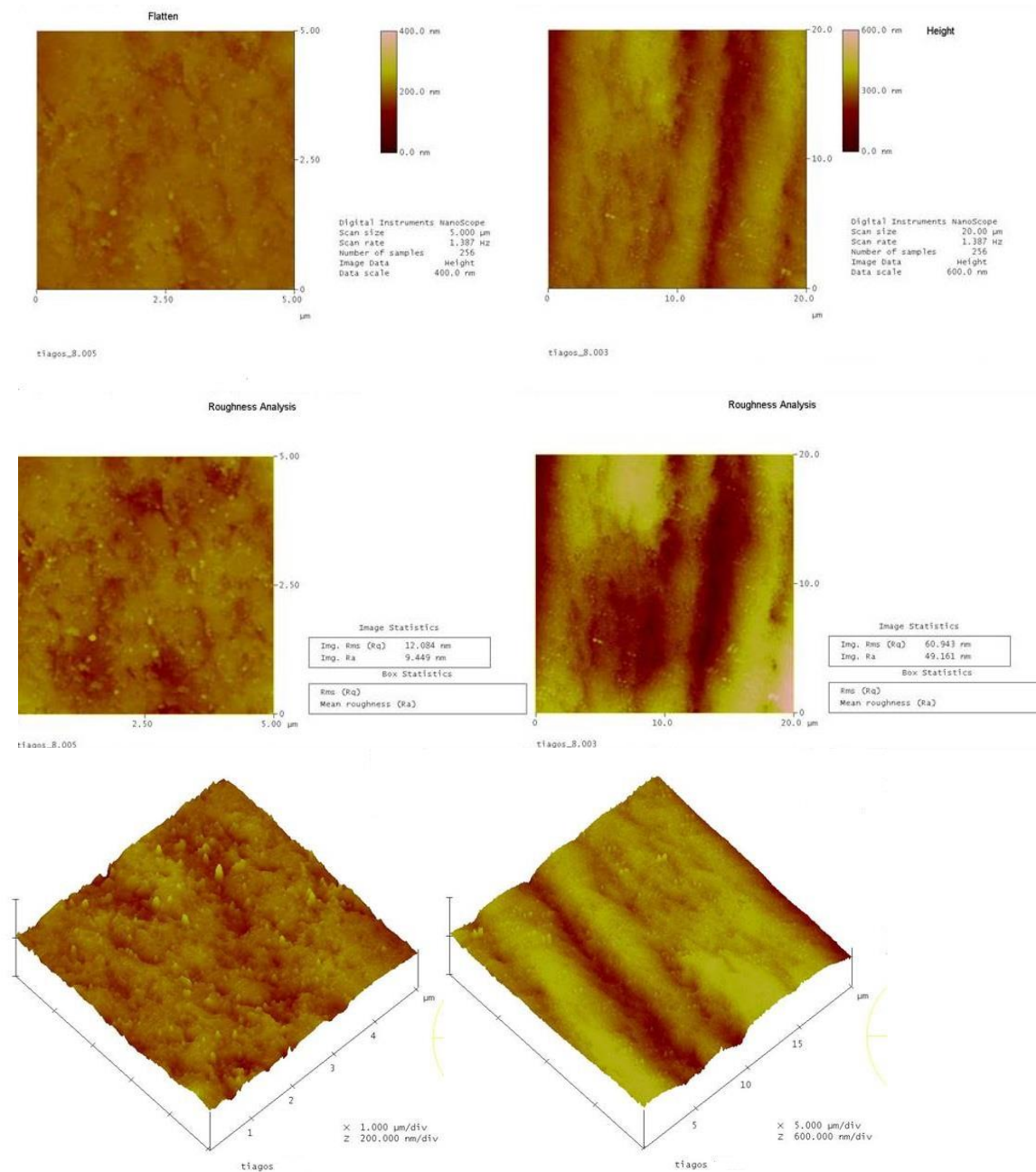


Fig. 29: Herculite XRV Ultra™ Enamel (amostra 2), análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5 μm e 20 μm

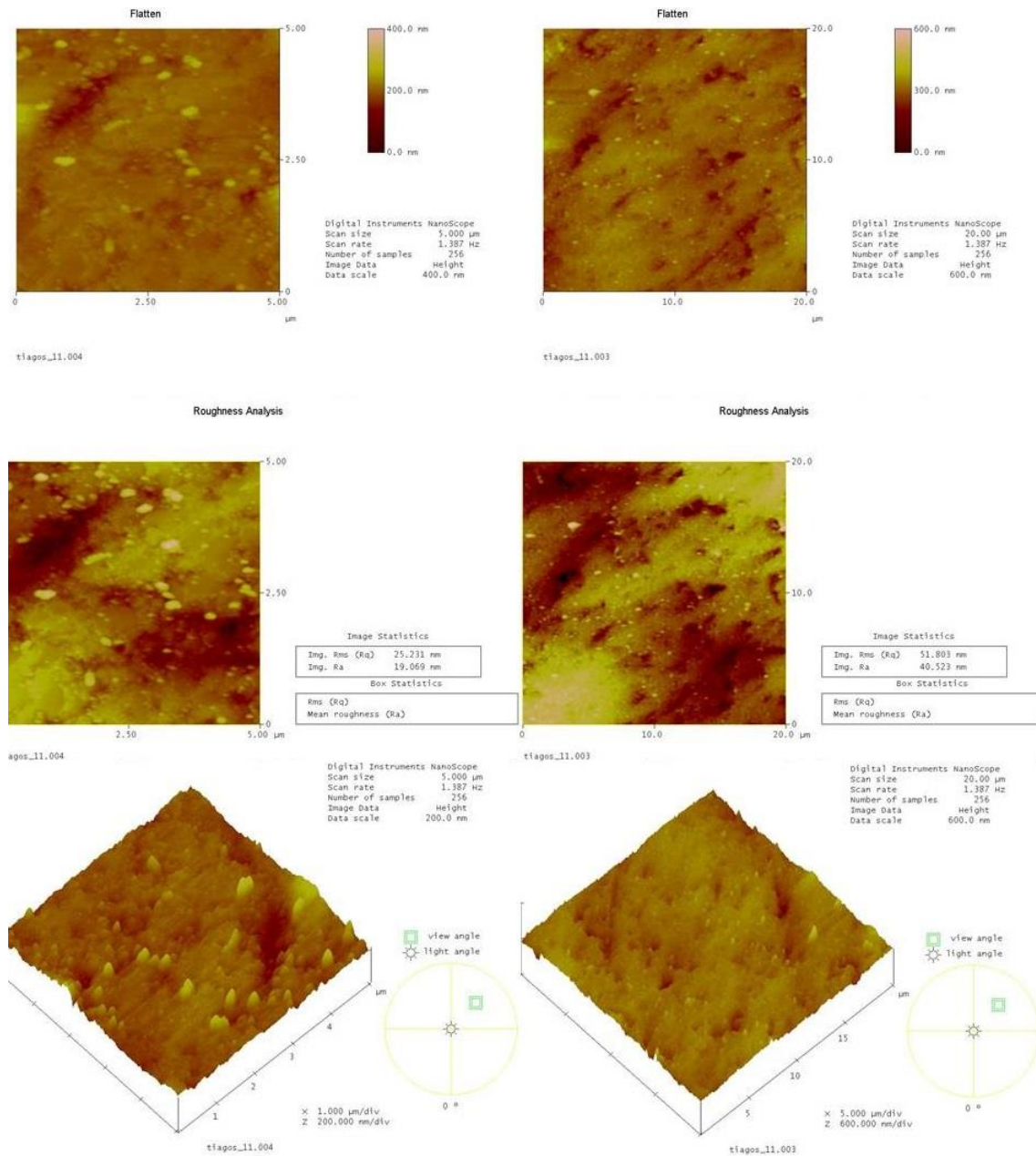


Fig. 30: Herculite XRV Ultra™ Dentine (amostra 1), análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5 μm e 20 μm



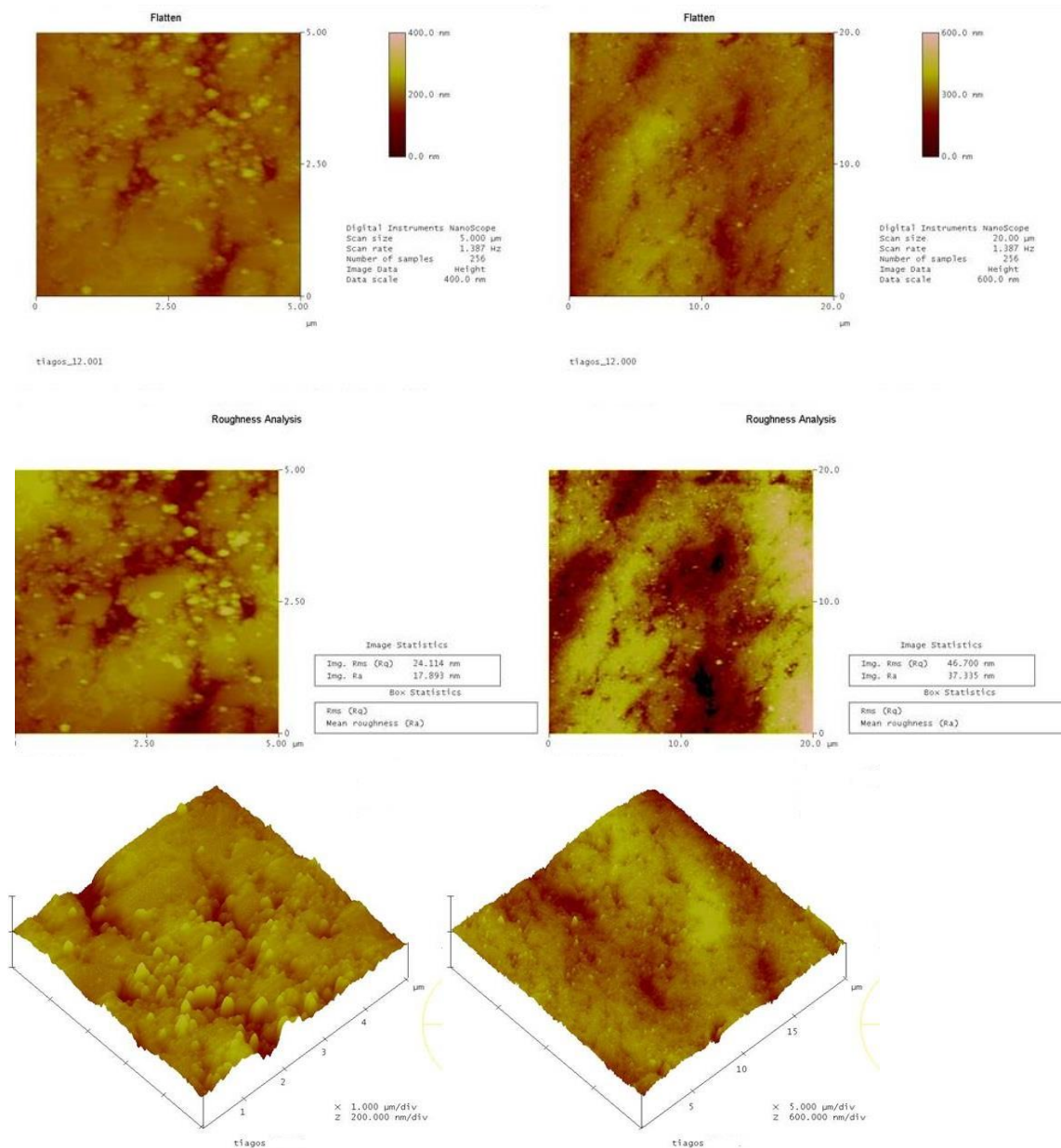


Fig. 31: Herculite XRV Ultra<sup>TM</sup> Dentine (amostra 2), análise de superfície (2D e 3D) e rugosidade à escala de 5 μm e 20μm